

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева
Санкт-Петербургский государственный электротехнический
университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)
ООО «НПО «Группа Компаний Машиностроения и Приборостроения»
ООО «НПО «Измеритель»
ООО «ФЕРРИ ВАТТ»
Группа компаний «Криосистемы»
Российское научно-техническое вакуумное общество им. акад. С. А. Векшинского
Проводится при поддержке
Министерства промышленности и торговли Российской Федерации и
Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

20–22 июня 2023
Санкт-Петербург, Россия

June 20-22, 2023
St. Petersburg, Russia

30th All-Russian Conference with International Participation
«VACUUM TECHNIQUE AND TECHNOLOGY – 2023»



**Труды 30-й Всероссийской научно-технической
конференции с международным участием
«ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА
и ТЕХНОЛОГИИ – 2023»**

20–22 июня 2023 г.
Санкт-Петербург

Вакуумная техника и технологии - 2023. Труды 30-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. 20-22 июня 2023 г./ под ред. Тетерука Р.А., Анцуковой А.И., Шарифуллиной К.Р.– СПб.:Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2023.-426 с.

Труды составлены по материалам докладов, представленных на 30-ю Всероссийскую научно-техническую конференцию с международным участием. В материалах докладов изложены результаты исследований в области физики вакуума, вакуумметрии, масс-спектрометрии и контроля герметичности. Рассмотрены актуальные вопросы получения вакуума, создания вакуумного оборудования и разработки новых технологических процессов. Особое внимание уделено решению задач вакуумной техники в формировании пленок и покрытий плазменными и смежными методами, изучению свойств покрытий и методам их исследования, новым материалам покрытий, в том числе наноматериалам, новым областям их использования, разработке современного оборудования и технологических процессов, применению вакуумных технологий в промышленности и научных исследованиях и, в частности, в атомной промышленности, металлургии и добывающих отраслях.

Программный комитет

Пронин А.Н. – генеральный директор ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» - председатель.

Тетерук Р.А. – руководитель НИО государственных эталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» – зам. председателя.

Шаповалов В.И. – профессор Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – сопредседатель по секции «Вакуумная техника».

Розанов Л.Н. – профессор ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» – зам. председателя.

Нестеров С.Б. – президент РНТВО имени академика С.А. Векшинского – член оргкомитета.

Полянский В.А. – директор ФГБУН «Институт Проблем Машинovedения Российской Академии Наук» – член оргкомитета.

Чернышенко А.А. – руководитель НИЛ госэталонov и научных исследований в области измерений низкого абсолютного давления (вакуума) ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» – сопредседатель по секции «Контроль герметичности».

Кузнецов В.Г. – руководитель лаборатории ИПМаш РАН - сопредседатель по секции «Вакуумные технологии».

Капустин Е.Н. – генеральный директор ОАО «Вакууммаш» – член оргкомитета.

Марцынюков С.А. – доцент Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – член оргкомитета.

Добрецов К.Г. – директор по маркетингу ООО «НПО «Измеритель» – член оргкомитета.

Желонкин Я.О. – генеральный директор ООО «ФЕРРИ ВАТТ» – член оргкомитета.

Бурмистров А.В. – проректор по учебной работе КНИТУ, Россия, Казань – член оргкомитета.

Одинокov В.В. – зам. ген. директора по науке ОАО НИИТМ (Научно-исследовательский институт точного машиностроения), Россия, Москва – член оргкомитета.

Панфилов Ю.В. – зав. кафедрой «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана, Россия, Москва – член оргкомитета.

Потрахов Н.Н. – зав. кафедрой «Электронные приборы и устройства» «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – член оргкомитета.

Кострин Д.К. – доцент кафедры «Электронные приборы и устройства» «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) – член оргкомитета.

Колесник Л.Л. – ученый секретарь РНТВО имени академика С.А. Векшинского – член оргкомитета.

Ответственность за достоверность сведений и сохранение государственной или корпоративной тайны несут авторы публикаций.

ISBN 978-5-7629-2872-4

Спонсоры конференции

ООО «НПО «ГКМП»

Общество с ограниченной ответственностью «НПО «Группа Компаний Машиностроения и Приборостроения» (ООО «НПО «ГКМП») является отечественным разработчиком и производителем специализированного промышленного оборудования, высокотемпературных газонаполненных и вакуумных электропечей различных конструкций и назначения, технологических линий для термообработки, закалки, отжига, отпуска сложных и крупногабаритных изделий, установок вакуумного напыления, термической диффузии, термокомпрессионных установок, установок для роста монокристаллов, испытательных стендов, термобарокамер, вакуумных камер, вакуумных затворов и другого высокотехнологического оборудования. Осуществляем выпуск опытных образцов, опытных партий, малых серий наукоемкой продукции.

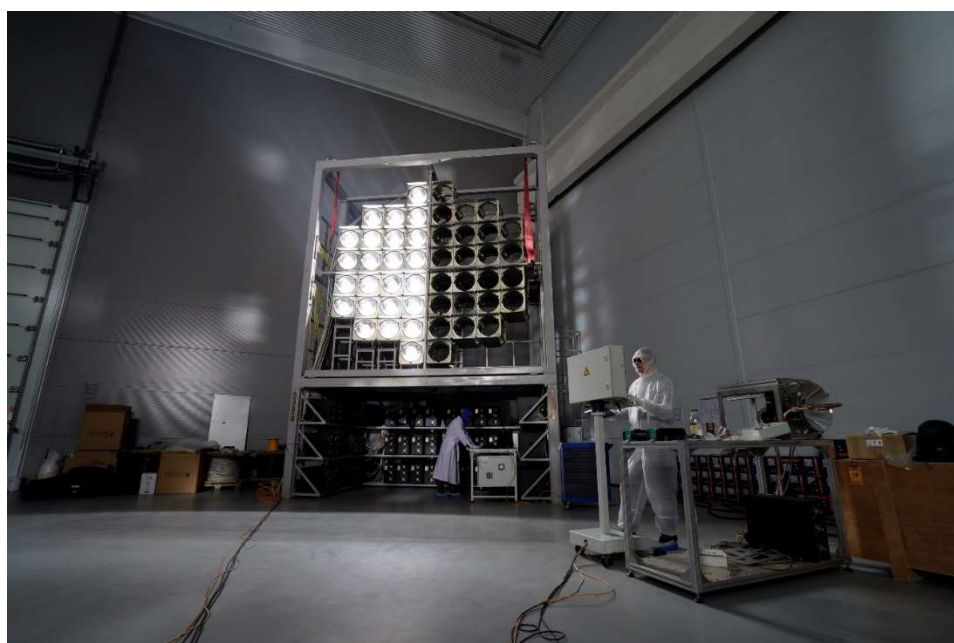
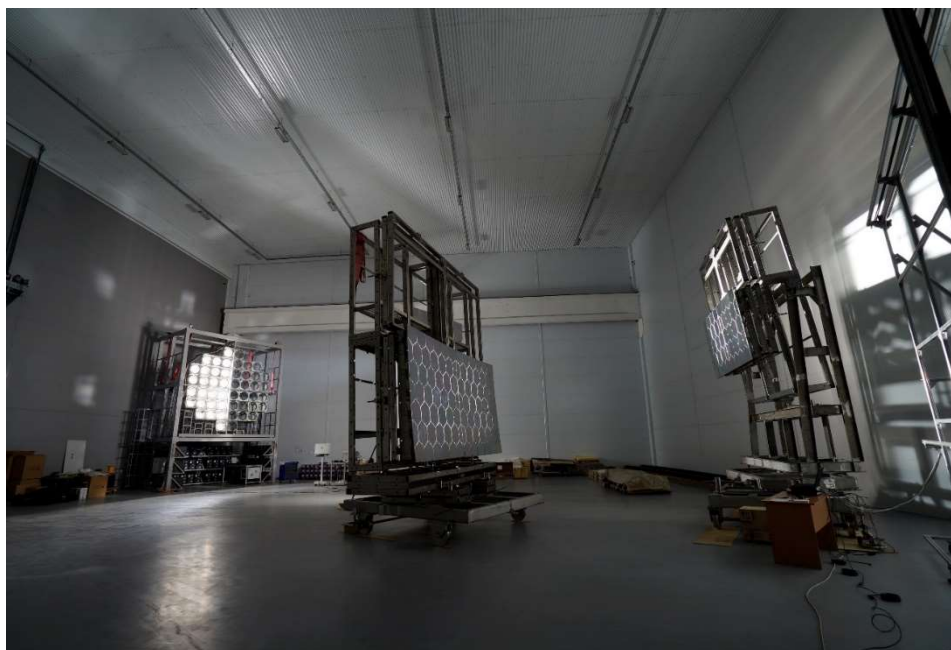
Система менеджмента качества продукции ООО «НПО «ГКМП» сертифицирована в соответствии с требованиями стандарта ГОСТ Р ИСО 9001-2015, что подтверждается сертификатами соответствия. ООО «НПО «ГКМП» ежегодно успешно проходит внешние инспекционные аудиты. Также в организации регулярно проводятся внутренние аудиты системы менеджмента качества. Компания оказывает полный спектр услуг:

- проектирование, конструирование, разработка технического задания, проведение расчетов;
- изготовление;
- поставка оборудования;
- монтаж, шеф-монтаж и ввод в эксплуатацию;
- обучение, инструктаж персонала Заказчика;
- гарантийное, постгарантийное обслуживание;
- утилизация.

Компания собрала лучших специалистов в своей области знаний. Многолетний опыт нескольких поколений инженерно-технических работников в совокупности с мастерством трудового коллектива и умелым руководством администрации позволили создать достойное производственное предприятие. ООО «НПО «ГКМП» стала основным проводником научной, экспериментальной и производственной баз в России. Создаваемое оборудование в сфере термоядерного синтеза и создания термовакуумного оборудования для проведения испытаний вышло на принципиально новый уровень. Создаваемые экспериментальные разработки зачастую не имеют аналогов, а серийно производимая продукция соответствует мировым стандартам. Полученный за последние годы опыт успешно выполненных контрактов позволяет с уверенностью сказать, что сотрудникам предприятия по силам решить любые поставленные перед ними задачи.

Постоянное тесное сотрудничество с рядом предприятий электронной, атомной и авиакосмической промышленности нашей страны позволяет компании стабильно расти и развиваться, осваивать новые виды продукции и оборудования. Высокая культура производства, а также клиентоориентированная политика позволили компании стать лидером отечественного рынка в своём сегменте. Оборудование, произведённое в стенах компании, работает на самых ответственных участках атомной и электронной промышленности.

На текущий момент компания является единственной отечественной производственной фирмой с полным циклом собственного производства в сегменте установок вакуумного напыления, термодиффузионных и термокомпрессионных установок, а наши вакуумные камеры официально признаны лучшими среди отечественных. За годы работы компания удостоилась ряда наград, как местного значения, так и федеральных. Мы – лучшие в своём деле и на этом не останавливаемся!



На фото: Оптическая схема ИСИ КВУ-1500

ООО «НПО «Измеритель»»

Течеискатели ТИ1-50 и его модификации предназначены для работы в соответствии с ГОСТ Р 50.05.01-2018 и ОСТ 92.1527-89. Течеискатели применяются для контроля герметичности масс-спектрометрическим методом: способами вакуумной камеры, щупа, обдува, накопления, накопления щупом при атмосферном давлении, обеспечивая высокочувствительное обнаружение течей в объектах. На базе стандартных течеискателей могут быть спроектированы и изготовлены технологические комплексы для неразрушающего контроля объектов и систем в соответствии с требованиями Заказчика.



Установка контроля герметичности МИКРО-4 предназначена для контроля герметичности и разбраковки элементов с замкнутой оболочкой в полупроводниковой, электротехнической и других отраслях промышленности. Работа установки возможна как в ручном, так и в полуавтоматическом режимах. МИКРО-4 работает совместно с течеискателем завода ТИ1-50.



Турбомолекулярные насосы ТМГН-50/63 и ТМН-150/63 являются полностью отечественной разработкой АО «Завод «Измеритель» и сегодня серийно изготавливаются силами ООО «НПО «Измеритель».

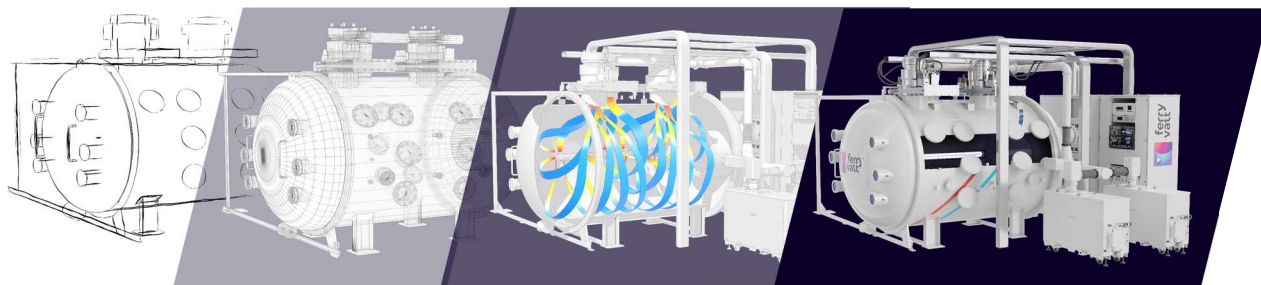


НПО «Измеритель» совместно с ООО «АС-Техникс» осуществляют монтажные, пуско-наладочные работы, а также сервисное обслуживание приборов ТИ1-14, ТИ1-22М, ТИ1-22 ГЕЛМАСС, ТИ1-22, ТИ1-30, ТИ1-50, выпущенных ранее АО «Завод Измеритель».

ООО "ФЕРРИ ВАТТ"



ООО "ФЕРРИ ВАТТ" разрабатывает и производит вакуумное технологическое оборудование различного назначения. За **более 30 лет** компании было изготовлено **более 150 единиц** уникального высокотехнологического оборудования.



Направления деятельности:

- Технологии вакуумного и плазменного **напыления** тонких пленок и покрытий: PVD, CVD, PECVD, ALD и др.;
- Технологии **обработки** различных материалов в ВЧ **плазме** пониженного давления (ССР, ICP);
- Оборудование для **формования композитных материалов и вакуумной пропитки** изделий смолами и лаками;
- Установки климатических **испытаний** в вакууме и имитации космического пространства, испытание электроракетных двигателей;
- Вакуумные **печи** различного назначения;
- **Специальное** промышленное и лабораторное вакуумное и плазменное оборудование (оборудование зонной плавки, в т.ч. монокристаллов, установки вакуумной плавки цветных металлов).



г. Казань, ул. А. Кутюя 159

@ferryvatt

+7 (843) 208-60-20

ferryvatt.ru

info@ferryvatt.ru

СУХИЕ ТУРБОМОЛЕКУЛЯРНЫЕ И ФОРВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ OSAKA / EBARA / SHIMADZU (ЯПОНИЯ)



Качество японских насосов подтверждается десятилетиями и продолжает быть эталоном во всем мире. Широкая продуктовая линейка этих компаний позволяет решать множество задач.

Параметры:

- широкий модельный ряд насосов со скоростями откачки по N₂ от 70 л/сек до 4000 л/сек для турбомолекулярных насосов;
- водяное или воздушное охлаждение;
- магнитный и гибридный подвес;
- коррозионностойкое и обычное исполнение;
- срок поставки от 10 недель под заказ.

АЛЮМОКСИДНАЯ КЕРАМИКА



Мы поставляем изделия любой сложности (включая специальные покрытия / соединения металл+керамика) по индивидуальным заказам заказчика.

Применение:

- лазерное оборудование для производства медицинских изделий;
- в качестве керамической части уплотнительных прокладок и канальных нагревателей для выполнения пред- и послесварочной термообработки, сварки, термообработки для снятия внутренних напряжений, предварительном и последующем нагреве и других видах термической обработки;
- электроприборы высокой мощности и все виды изоляционных устройств;
- производство полупроводников;
- ускорители электронов и ядерных заряженных частиц.

АНАЛИЗАТОРЫ ОСТАТОЧНЫХ ГАЗОВ RGA / АНАЛИЗАТОРЫ ГАЗОВ АТМОСФЕРНОГО ДАВЛЕНИЯ СЕРИИ UGA



Параметры:

- диапазоны анализируемых масс: до 100, 200 или 300 а.е.м.;
- разрешающая способность менее 1 а.е.м.;
- уникальный дизайн нити накала (ThO₂/Ir) с высоким сроком службы;
- диапазон измерения парциального давления от 10⁻⁵ до 5×10⁻¹¹ Torr (или до 5×10⁻¹⁴ Torr с электронным умножителем, опция 1);
- удобное ПО RGA Windows;
- доступные интерфейсы: RS-232 и Ethernet (опция).

ВАКУУМНЫЕ ШИБЕРЫ И КЛАПАНЫ SCIENTIFIC EQUIPMENT VALVES



Параметры:

- предельный вакуум до 10⁻¹¹ мбар;
- до 3млн циклов открытие / закрытие;
- материалы — нерж. сталь 304, 304L, 316L, Al высокой плотности, коррозионностойкое исполнение;
- возможность установки электромагнитного / электромеханического / пневматического приводов по выбору.

Содержание

Секция «Пленарные доклады»

1. Гордимся прошлым. Создаём будущее. Вакууммашу-80!
Е. Н. Капустин и А. Е. Капустин 16
2. Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика С.А. Векшинского. Современное состояние и перспективы развития
С. Б. Нестеров 24
3. «Послезавтра» вакуумных технологий
Я. О. Желонкин 30

Секция «Вакуумная техника»

4. Моделирование рабочего процесса бесконтактных вакуумных насосов
А. В. Бурмистров, А. А. Райков, С. И. Саликеев 35
5. Требования к элементной базе газовакуумных систем технологического оборудования
С. В. Сажнев 40
6. Вакуумплотная слабо проводящая керамика на основе алюмината бария
А. А. Жданок, Л. К. Бердникова, З. А. Коротаева, Б. П. Толочко, В. В. Булгаков, Д. А. Краснов 43
7. Вопросы разработки прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений
А. Е. Вязовецкова, В. В. Вязовецков, Л. К. Кузнецова, Ю. С. Шпанский 46
8. Численное моделирование системы откачки вакуумной камеры при импульсно-периодическом натекании
А. А. Моисеев, А. А. Филатов, А. А. Кишалов, П. Г. Смирнов 51
9. Моделирование сверхвысоковакуумной откачки оборудования шлюзового типа
Ю. В. Панфилов, Л. Л. Колесник, Г. М. Сокол, А. Тымина 55
10. Вакуумная техника в производстве и применении гиротронов
А.П. Фокин, А.А. Ананичев, М.Д. Проявин, А.Н. Куфтин, Е.В. Пяшова, С.Ю. Корнишин, Е.А. Солуянова, Е.М. Тай, М.Ю. Глявин 60
11. Насосы сверхвысоковакуумные производства ООО «Катод»
Н.Б. Кислый, П.Г. Нечаев 64
12. Разработка манометрического преобразователя СК-ТС6 для работы в составе вакуумметров Мерадат-ВИТ
А.С. Агеев, Д.А. Воронов 71
13. Уточнение методики моделирования течения газа в проточной части турбомолекулярного вакуумного насоса с использованием модели рассеяния газа с твердой поверхностью Черчиньяни – Лампис
У.С. Гордеева 75

Секция «Вакуумные технологии»

14. О важности проведения подстуживания расплава при индукционной плавке и гомогенизации слитка под прокатку листов и лент из сплава 29НК-ВИ
П.А. Головкин 82
15. Кинетическая теория разлёта плазмы катодного факела
В. Ю. Кожевников, А. В. Козырев, А. О. Коковин, Н. С. Семенюк, В. С. Игумнов 89

-
-
16. Влияние давления в рабочей камере технологической установки на взаимодействие плазмы с поверхностью изделия при низкотемпературном плазменном упрочнении
Б. М. Бржозовский, Е. П. Зинина и В. В. Мартынов 94
 17. Разработка манипулятора для обработки кремниевых пластин в вакуумной камере
Д. К. Капустин, И. А. Белянов, А. А. Осипов 98
 18. Применение вакуумных технологий в производстве теплоизолированных труб
В. Г. Дураков 103
 19. Изучение влияния расхода кислорода на скорость осаждения покрытия на основе Zr-Y при магнетронном распылении с охлаждаемой мишенью
Г. В. Качалин, А. Ф. Медников, К. С. Медведев, А. И. Бычков и О. С. Зилова 108
 20. Деарсенация золотосодержащих концентратов в вакууме без принудительного перемещения дисперсной среды
С. А. Требухов, В. Н. Володин, А. В. Ниценко, К. А. Линник, Е. А. Гапуров 114
 21. Распределение редких элементов при вакуум-дистилляционной переработке полиметаллических штейнов
В. Н. Володин, С. А. Требухов, А. В. Ниценко, А. А. Требухов, Ф. Х. Тулеутай 120
 22. Анализ температурных условий в растущем покрытии и подложке в процессе реализации вакуумнодугового ионноплазменного (arc-PVD) метода
А. В. Черногор, Д. С. Белов, А. П. Демиров, И. В. Блинков 124
 23. Разработка исследовательского CVD оборудования
О. Ю. Гончаров, Л. Х. Балдаев 128
 24. Фото- и радиационно-индуцированный катализ с применением наночастиц Fe_xO_y
С. Ю. Соковнин, А. С. Герасимов, М. Е. Балезин 134
 25. Влияние постоянного магнитного поля на фотолюминесценцию нанофторидов бария и кальция
С. Ю. Соковнин, В. Г. Ильвес, М. Г. Зуев 139
 26. Влияние технологических параметров нанесения на структуру и свойства катодно-дуговых четырехэлементных покрытий Al-Cr-B-N
В. А. Лапицкая, Т. А. Кузнецова, Б. Вархолински, А. В. Хабарова, А. Гилевич, С. А. Чижик 145
 27. Анализ кинетики нагревания подложки при магнетронном распылении сэндвич мишени медь-титан
М. О. Иванцов, В. И. Шаповалов 148
 28. Организация промышленного производства отечественных установок молекулярного наплавления проточно-вакуумного типа
В. В. Антипов, В. С. Балахнин, В. А. Гладченко, А. А. Малков, А. В. Москалев, А. А. Малыгин 154
 29. Исследование фазового состава плазменного покрытия системы $ZrO_2 - Al_2O_3$
А. Л. Митрофанов, А. А. Лозован, С. Я. Бецоффен, А. С. Ленковец 160
 30. Низкотемпературное ионное азотирование титанового сплава ВТ6
А. Ф. Тагиров, Р. Д. Агзамов 164
 31. Разработка технологии вакуумного нанесения пассивационных слоев для резонаторов инжекционных лазеров
А. В. Фомин, Е. А. Анашкин, М. В. Лупачев, Е. М. Филоненко 168
 32. Разработка режимов высокоэнергетической обработки в вакууме тонкопленочных резистивных слоев на основе сплава П65ХС
В. Д. Зуев, А. А. Рыжов, Д. В. Дерябин, С. А. Гурин, М. Д. Новичков 174
 33. Применение магнетронного распыления для формирования многослойных структур AlNi

- Д. Е. Шашин, Н. И. Сушенцов, А. Д. Дьячков, П. Г. Габдуллин, О. Е. Квашенкина, В. Е. Бабюк* 180
34. Использование имитационных моделей Монте-Карло для подбора траектории перемещения модельного блиска при нанесении покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда
А. В. Олейник, К. Н. Рамазанов 185
35. Опыт и перспективы использования низкотемпературного химического осаждения из газовой фазы вольфрама и его соединений для улучшения эксплуатационных свойств изделий
В. А. Смирнов, А. Н. Пашков, С. А. Вашин, В. В. Душик, А. А. Шапоренков, С. В. Евсеев 190
36. Разработка установки реактивного магнетронного распыления промышленно типа
И. А. Белянов, Д. К. Капустин, А. А. Осипов 194
37. Структура и свойства покрытия Al-Mg-B, сформированного ионно-плазменным методом на поверхности высокоэнтропийного сплава
Ю. Ф. Иванов, В. В. Шугуров, И. И. Ажжажа, Е. А. Петрикова, О. С. Толкачев 199
38. Структура и свойства покрытий TiN и AlN, нанесенных магнетронным методом, при изменении потока азота в камере
А. В. Хабарова, В. А. Латицкая, А. Л. Николаев, Е. В. Садырин, С. М. Айзикович, С. А. Чижик 203
39. Моделирование теплового процесса при магнетронном распылении в аргоне сэндвич мишени Ti/Cu
Д. С. Шарковский, В. И. Шаповалов 207
40. Разработка установки газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений для выращивания GaN на кремнии
М. Г. Бирюков, П. Е. Афонин, С. А. Щуренкова, Д. Ю. Пугачев, В. В. Лундин, Е. Е. Заварин, А. Ф. Цацульников, Д. С. Базаревский, Е. А. Калаушина 212
41. Свойства плёнок Nb₃Sn, полученных с помощью одновременного дугового и магнетронного напыления
Ю. Н. Юрьев, А. В. Юрьева, А. И. Савельев 216
42. Роль фаз c-Ti_{0,5}Al_{0,5}N, c-AlN, c-TiN и ε-Al₂Ti в увеличении защитного эффекта покрытий Ti_{1-x}Al_xN (x<0.6) и AlN в 3% растворе NaCl
А.Л.Каменева, В.Ф. Маточкин 220
43. Ламинированный текстильный материал с экранирующими свойствами
А. Е. Карноухов, Э. Ф. Вознесенский, Ю. А. Тимошина, Я. О. Желонкин 226
44. Вакуумно-плазменная технология модифицирования наполнителей для композиционных материалов
В. А. Стратанович, Л. Ф. Иванов 230
45. Исследования по получению сварных металлокерамических соединений методом диффузионной сварки
Клокова, Г. В Рогожин 234
46. Изготовление лазерных зеркал с радиально зависимым коэффициентом отражения
В. Н. Горнов, А. И. Арефьев, Ю. Ю. Смирнов, А. П. Котов, Р. А. Бызов 238
47. Определение термических коэффициентов линейного расширения в покрытиях
А. А. Лозован, С. Я. Бецофен, А. А. Ашмарин, А. С. Ленковец, А. Н. Быкадоров, А. Л. Митрофанов 243
48. Влияние скорости вращения подложки и порядка нанесения слоев на характеристики многослойных покрытий TiN/Cu/InSn
А. А. Лозован, С. Я. Бецофен, С. В. Савушкина, М. А. Ляховецкий, Е. П. Кубатина 247
49. Многослойные композитные Ta/W покрытия, напыленные системой инвертированных магнетронов

<i>А. А. Лозован, С. Я. Бецофен, А. С. Ленковец, Н. А. Иванов, Е. М. Рыбаков</i>	250
50. Исследование зависимости структуры покрытия от режимов нанесения методом магнетронного распыления для сыпучих материалов <i>К. Н. Каримов, Э. Ф. Вознесенский, Я. О. Желонкин</i>	254
51. Получение покрытий Ti-Al-Ta-Si-N методом реактивного магнетронного распыления <i>Е.Д. Кузьминов, А.Р. Шугуров, Ю.А. Гаранин</i>	258
52. Магнетронное осаждение CrAlN покрытий с плазменным ассистированием <i>Д. В. Сиделёв, Е. С. Осипова</i>	262
53. Тенденции развития технологий вакуумного корпусирования микросистем с применением газопоглотителей <i>А.Н. Бойко</i>	267
54. Формирование антиотражающего покрытия нитрида алюминия на экранах электронно-оптических преобразователей методом реактивного магнетронного распыления <i>Р. А. Каракулов, Д. Д. Зыков, Р. И. Нуртдинов, А. Ю. Соколов, П. И. Коновалов, Е. Н. Фёдоров</i>	271
55. Разработка покрытий для защиты авиационного остекления из поликарбоната от внешних факторов <i>Буднев А.Ю., Просовский О.Ф., Исамов А.Н., Просовский Ю.О., Смольянинов В.А.</i>	276
56. Перспективные разработки АО ОНПП Технология им. А.Г.Ромашина в области конструкционной и приборной оптики <i>Просовский О.Ф., Петрачков Д.Н., Хмельницкий А.К., Просовский Ю.О., Буднев А.Ю., Исамов А.Н., Смольянинов В.А.</i>	282
57. Технология получения сложных многослойных интерференционных покрытий <i>Просовский Ю.О., Просовский О.Ф., Буднев А.Ю., Исамов А.Н., Смольянинов В.А.</i>	288
58. Динамика изменения давления в камере плазменного фокуса в течение высоковольтной тренировки <i>Михайлов Ю.В., Прокуратов И.А.</i>	294
59. Исследование текстуры пленок нитрида алюминия сформированных методом магнетронного распыления <i>В.И. Струнин, А.Г. Козлов, Н.А. Давлеткильдеев, Н.А. Чириков, Л.В. Баранова, А.Н. Байдаков, А.Ю. Куклев</i>	295
60. Изготовление и исследование низкоплотных металлических материалов <i>Н.А. Пхайко, А.Г. Казаков, К.В. Сафронов, В.Н. Горнов, Л.Е. Пешкичева, С.Н. Пахомов, Е.М. Писарев</i>	298
61. Контроль уровня вакуума в изделиях микроэлектроники <i>С.В. Ермоленко</i>	304
Секция «Вакуумные измерения»	
62. Проблемы метрологического обеспечения крупногабаритных имитаторов солнечного излучения для термовакуумных испытаний <i>А. А. Шевчук, О. В. Пастушенко, В. В. Двирный и А. К. Шаров</i>	311
63. Перспективы развития жидкостной манометрии в области низкого абсолютного давления (0,1 – 1000 Па) <i>Т.А. Эйхвальд</i>	316
64. Научно-методические принципы технических решений увеличения эффективности метрологического обеспечения в области измерений низкого абсолютного давления вакуума <i>Д. Е. Сенатов, Р. Э. Кувандыков, Р. А. Тетерук, А. А. Чернышенко</i>	321

Секция «Контроль герметичности»

65. Испытания на герметичность разъемного соединения прототипа первой стенки ИТЭР масс-спектрометрическим методом течеискания
Н. В. Монтан, П. Ю. Пискарев, В. А. Васильев, Д. А. Киселев, М. С. Колесник, С. Н. Мазаев и А. С. Швертченко 327
66. Исследование термоэлектронной эмиссии ЭВП после герметизации течей
Г. А. Жабин, С.А. Вашин, Е.А. Стройков 332
67. Основные проблемы современных отечественных средств измерений, применяемых при контроле герметичности масс-спектрометрическими методами
Д. М. Фомин 337
68. Применение масс-спектрометрии для оптимизации процесса термовакuumной обработки ЭВП СВЧ
Д. К. Черченко, Ю. Н. Пармонов, Д. А. Калашников, В. М. Саблин 341

Секция «Вакуумные технологии в космической и атомной отраслях»

69. Наземный измерительно-калибровочный комплекс на основе крупногабаритной криогенно-вакуумной камеры для радиометрической калибровки аппаратуры ДЗЗ
С. М. Зорин, Д. О. Трофимов, Ю. М. Гектин 347
70. Вакуумные камеры для охлаждения ФПУ в составе комплекса аппаратуры для наземных испытаний астрофизической обсерватории «Спектр-УФ»
Г. М. Бубнов, В. Ф. Вдовин, А. И. Елисеев, В. В. Корчагин, И. В. Леснов, М. А. Мансфельд, Н. В. Тятюшкин 355
71. Термовакuumная камера для испытаний с расширенным диапазоном температур 360
72. Применение газопоглотителей водорода при вакуумных испытаниях внутрикамерных компонентов реактора ИТЭР
Д. А. Киселев, А. Н. Маханьков, С. Н. Мазаев, В. А. Васильев 364
73. Вызовы и решения на пути создания особо крупногабаритных стендов для термовакuumных и термобалансных испытаний космических аппаратов для перспективных космических миссий
Д. Е. Алфимов, С. Б. Нестеров, А. А. Филатов 371
74. Испытательные стенды наземной экспериментальной отработки космических и летательных аппаратов
Д. Е. Алфимов 375
75. Стенд для имитации солнечного ветра: анализ требований, области применения и метрологическое обеспечение
Е. А. Шилов, А. А. Филатов, А. А. Кишалов, П. Г. Смирнов, А. А. Моисеев 381
76. Компьютерное моделирование и экспериментальная отработка перспективных систем инфракрасного нагрева: на пути к созданию виртуальной лаборатории термовакuumных испытаний
А. А. Филатов, А. А. Кишалов, П. Г. Смирнов, А. А. Моисеев 385
77. Численное моделирование и экспериментальная валидация ИК нагревателей различной формы
А. А. Моисеев, А. А. Филатов, А. А. Кишалов, П. Г. Смирнов 391
78. Статус работ по вакуумной системе инжектора СКИФ
А. М. Семенов, В. В. Анашин, Л. Л. Белова, А. Н. Журавлев, А. А. Краснов, В. С., Кузьминых, А. Е. Левичев, Е. Б. Левичев, О. И. Мешков, О. А. Павлов, П. А. Пиминов, С. В. Синяткин 398
79. Оптимизация системы откачки и расчёт динамического давления в накопителе СКИФ
В. В. Анашин, В. А. Кайгородцев, А. А. Краснов 403

80. Development of vacuum equipment for sub-terahertz astronomy and space missions
*A. N. Chernikov, A. A. Gunbina, V. S. Edelman, A. I. Eliseev, A. Krasilnikov, I. V. Lesnov, M. A. Mansfeld,
N. V. Tyatyushkin, E. L. Pevzner, A. V. Vdovin, V. F. Vdovin* 408
81. Реактивное магнетронное распыление
В. И Шаповалов 413
82. Система вакуумной откачки установки ПЕРСТ для отработки безэлектродных плазменных ракетных двигателей
Н.П. Бобырь, А.С. Анциферова, Н.В. Павлушин 421

Пленарные доклады

Гордимся прошлым. Создаём будущее. Вакууммашу-80!

Е Н Капустин и А Е Капустин

Казань, АО «Вакууммаш», ул.Тульская, 58

E-mail: kazan@vacma.ru

Аннотация. Статья посвящена АО «Вакууммаш», являющимся ведущим предприятием в России по разработке и выпуску вакуумной техники, которому в 2023 году исполняется 80 лет. Описаны основные моменты становления компании и инновационные направления разработок новой продукции.

Все хорошо знают - АО «Вакууммаш» был и остаётся флагманом российского вакуумного машиностроения. Инвестирует в новое производство, в кадровый потенциал. Разрабатывает и осваивает производство инновационных вакуумных насосов, без которых невозможно развитие многих отраслей промышленности. Сегодня Вакууммаш принимает на себя новый вызов - разработать и начать выпуск оборудования необходимого для российской промышленности для того, чтобы обеспечить технологическую независимость России. Это сегодня очень важная тема!

Однако, 2023 год для нас юбилейный. Вакууммашу исполняется 80 лет. И это повод поговорить об основных этапах становления Казанской вакуумной школы и современных инновационных направлениях развития АО «Вакууммаш».

Свою историю Вакууммаш ведёт от постановления ЦК ВКП (б) от 14 ноября 1943 года. Предприятие было основано, как и многие советские предприятия, в годы войны, в 1943 году, как завод по ремонту моторов и производству запчастей для тракторов. В Национальном архиве Республики Татарстан хранится постановление бюро татарского обкома ЦК ВКП (б) от 01 декабря 1943 года (рисунок 1), принятого в развитие постановления ЦК ВКП (б), в котором очень подробно расписаны шаги по созданию нового предприятия. Сегодня некоторые моменты Постановления и его приложений вызывают улыбку – ведь планировалось всё, не только количество необходимых сотрудников и оборудования, но и количество мётел, валенок, рукавиц и т.д. Но тогда это был вопрос жизни и для того, чтобы новый завод заработал в течение 2-х месяцев требовалась жесточайшая дисциплина. Шла война, фронту требовалось продовольствие и запчасти. Техники катастрофически не хватало. Поэтому новый завод с первых дней своей работы стал важнейшим звеном в работе сельского хозяйства Татарстана. Кроме того, тракторы были важнейшей тягловой силой для артиллерии на фронте.

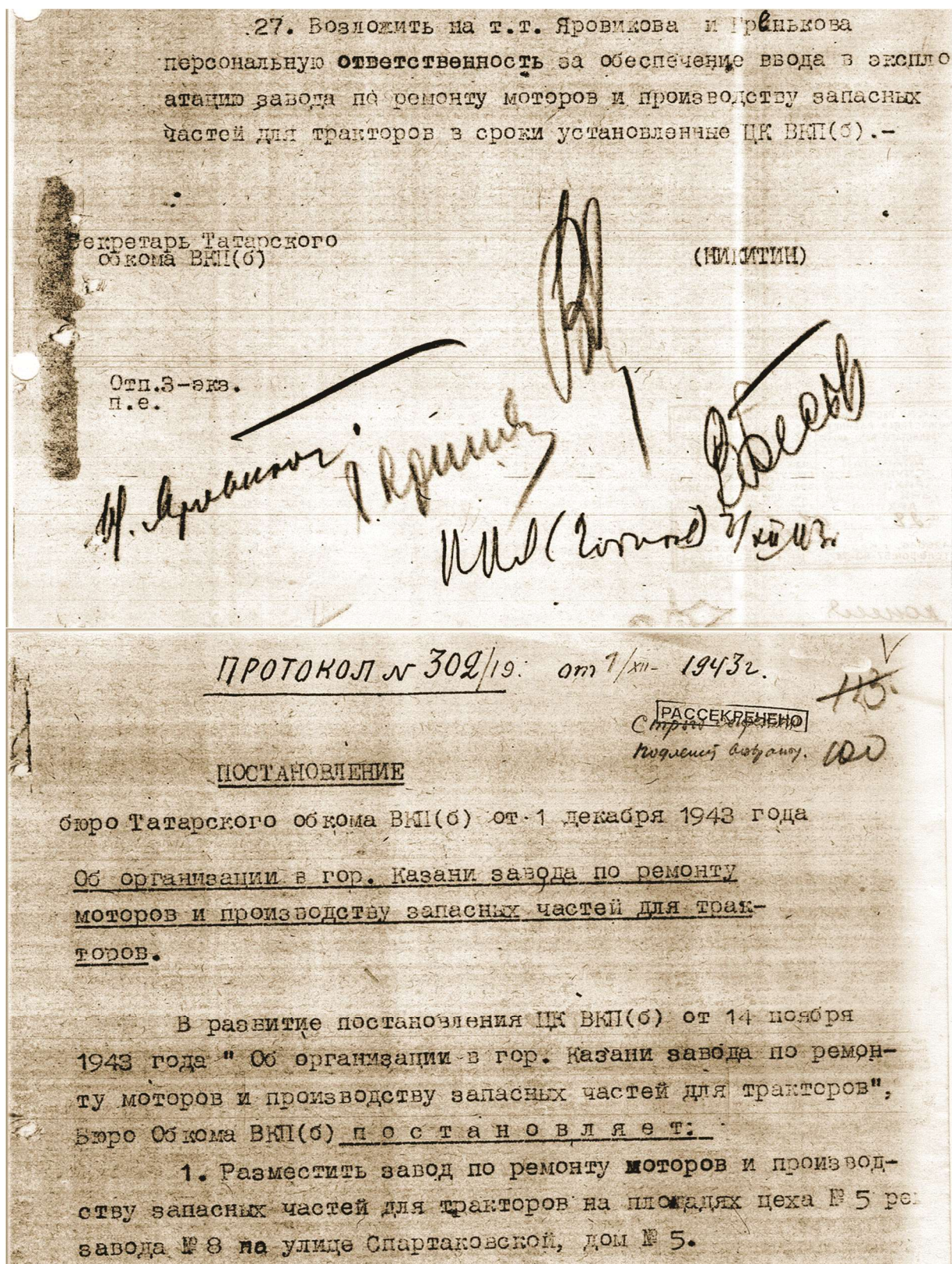


Рисунок 1. Фрагменты Постановления бюро татарского обкома ЦК ВКП (б) от 01 декабря 1943 года. И новый коллектив с честью справился с поставленными задачами. Со временем к заводу присоединяли и другие ремонтные сельхозпредприятия, расширялся круг задач. Кроме ремонта

тракторов и производства запчастей завод начал производить столь необходимую сельскохозяйственную технику – кусторезы, картофелекопалки и даже дизельные электростанции.

Именно поэтому 07 мая 2023 года Президент Республики Татарстан своим указом присвоил Акционерному обществу «Вакууммаш» звание «Предприятие трудовой доблести. 1941-1945 гг.» (рисунок 2).



Рисунок 2. Свидетельство о присвоении Акционерному обществу «Вакууммаш» звания «Предприятие трудовой доблести. 1941-1945 гг.».

Таким образом, первые 15 лет своего существования Вакууммаш занимался совсем другими задачами и даже некоторое время назывался Казанским заводом сельскохозяйственного машиностроения Татсовнархоза.

Однако, страна развивалась, необходимо было решать совершенно новые задачи – развивать атомную промышленность, космическую отрасль. Сегодня уже невозможно сказать, почему выбор в решении сложнейшей задачи по разработке и освоению совершенно новой продукции – вакуумной техники выпал на наш завод. Возможно, это были успехи в хозяйственной деятельности, сильная конструкторская служба или что-то ещё.

Самое интересное, что Вакууммаша в сегодняшнем виде могло и не быть. Ведь годом ранее, в 1958 году было принято Постановление ЦК КПСС и Совета Министров СССР № 795 о создания завода вакуумных насосов и диффузионных вакуумных агрегатов в Мордовии, в Саранске. Однако там с поставленной задачей не справились, и выбор пал на Казанский завод сельскохозяйственного машиностроения.

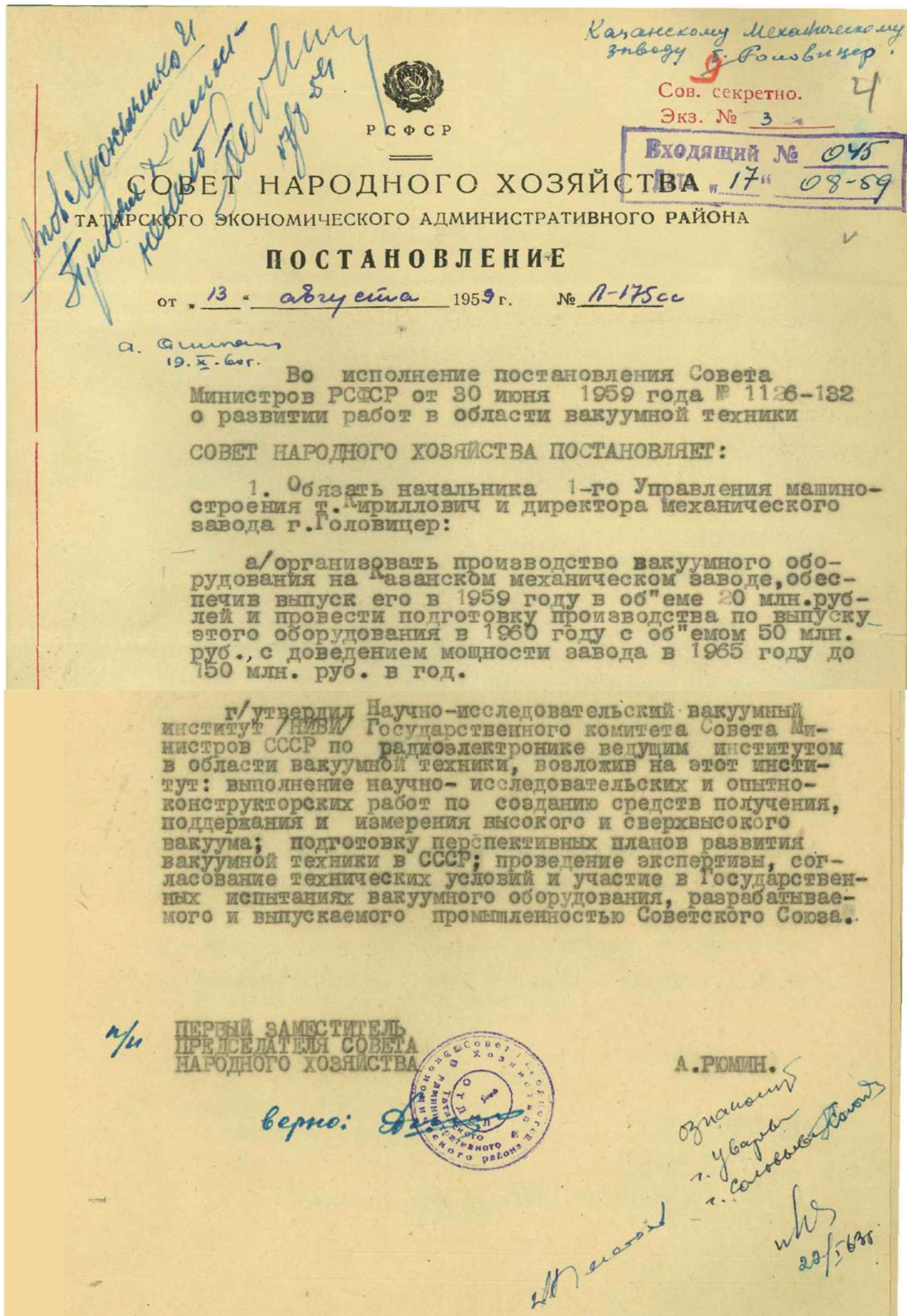


Рисунок 3. Выдержки из Постановлениями СОВНАРХОЗА Татарского экономического административного района № П-175сс от 13 августа 1959 года.

Так в соответствии с Постановлениями Совета Министров РСФСР № 126-132 от 30 июня 1959 года и СОВНАРХОЗА Татарского экономического административного района № П-175сс от 13 августа 1959 года (рисунок 3) в Казани началось создание новой отрасли народного хозяйства – вакуумного машиностроения.

Задача ставилась сложнейшая – буквально в течение нескольких месяцев перейти на выпуск принципиально новой продукции. Причём вызывает восхищение тот факт, что уже тогда ставилась задача разработки и выпуска самой широкой номенклатуры вакуумных насосов, включая сверхвысоковакуумные, вакуумной арматуры и вакуумных установок. И коллектив завода с честью справился с поставленной задачей.

Конечно, новые задачи требовали шефской помощи более опытных товарищей. В архиве сохранилась копия письма академика Векшинского С.А. (рисунок 4). У Сергея Аркадьевича вызывал опасение предыдущий неудачный опыт создания нового производства в других городах. А самое главное, в своём письме, он уже тогда задавал высочайшие стандарты работы, отмечал отличия именно вакуумного машиностроения от других родственных отраслей, и тем самым закладывал основы современных подходов к разработке и производству вакуумной техники. Уже тогда ему были понятны широчайшие перспективы применения вакуумной техники в различных отраслях народного хозяйства. А самое главное – в качестве ориентира и главных конкурентов он отмечал ведущие зарубежные компании, поднимая требования к новой вакуумной технике, которая должна была выпускаться на заводе на самый высокий конкурентный уровень. Всё это дало колоссальный импульс для развития завода.

Изучая исторические документы, нельзя не отметить комплексный подход советского правительства к решению сложнейших задач. Ведь понятно, что создания одного лишь завода, производства недостаточно для начала выпуска нового оборудования. Нужны новые знания, новые разработки, а значит и новые кадры. Поэтому одновременно с заводом было создано Специальное конструкторское бюро по вакуумному оборудованию, которое много раз реформировалось, развивалось вместе с заводом и все советские годы оставалось ведущим отраслевым институтом, разрабатывающим вакуумную технику для всех отраслей промышленности. Позднее СКБ (затем ЦКБ ВТ, СКБ «Электрофизприбор», НИИВакууммаш) вошёл в состав Вакууммаша и стал ядром конструкторской службы завода. Кроме того, чуть позже была открыта новая специальность и организована кафедра «Вакуумная техника электрофизических установок» в Технологическом институте (сегодня это Казанский национальный исследовательский университет). Кафедра стала кузницей кадров для Вакууммаша – многие руководители прошли эту школу и очень достойно делают своё дело.

Поэтому рассказывая об истории завода невозможно не рассказать о тандеме Вакууммаш-КХТИ.

Развитие такого научно-производственного предприятия как Вакууммаш естественно было невозможно без высококвалифицированных кадров. Именно поэтому принимается решение о начале подготовки на Механическом факультете Казанского химико-технологического института специалистов по вакуумной технике, первый выпуск которых состоялся в 1981 году. А уже в июне 1985г. в соответствии с приказом Минвуза РСФСР курс "Вакуумная техника" выделен в самостоятельную кафедру "Вакуумная техника электрофизических установок", с 1986 г. в состав кафедры входит филиал, действующий на базе НПО "Вакууммаш".

Сегодня Казань – кузница кадров для вакуумного машиностроения не только России, но и для предприятий ближнего и дальнего зарубежья.

Кафедра ВТЭУ с 1981 г. по настоящее время выпустила почти полторы тысячи специалистов, магистров, бакалавров, которые работают на всех крупных предприятиях г. Казани, в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ» в г. Сарове, в ОИЯИ в г. Дубна, в других научных центрах. Ну и конечно, они составляют костяк технических специалистов на АО «Вакууммаш».

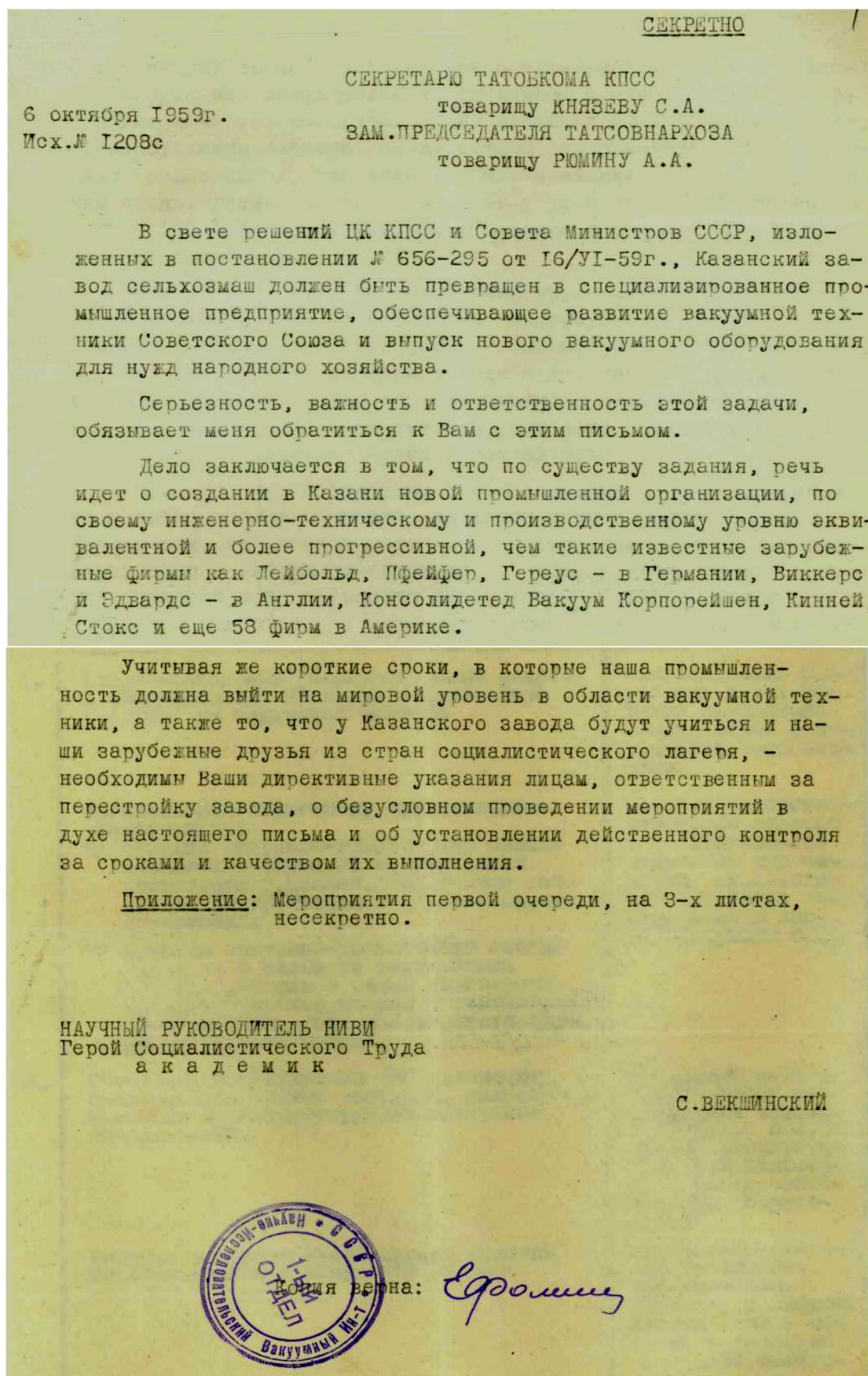


Рисунок 4. Выдержки из письма академика С.А. Векшинского.

Сегодня подготовка специалистов, способных заниматься разработкой новых видов вакуумной техники, в том числе импортозамещением, приобретает особое значение, так как вакуумные насосы, особенно большой производительности, являются товарами двойного назначения и находятся под контролем служб экспортного контроля и МАГАТЭ. Только такие специалисты способны обеспечить технологическую безопасность России. И опыт последних лет доказал необходимость разработки и освоения производства всех необходимых средств откачки в России.

Хочу подчеркнуть, что в последнее десятилетие взаимодействие АО «Вакууммаш» и КНКТУ-КХТИ вышло на совершенно иной уровень. Это не только подготовка новых инженерных кадров, но и реализация совместных проектов по разработке новых типов вакуумных насосов, в том числе никогда не производившихся в России. Государство тратит сегодня очень много сил для того, чтобы «подружить» вузовскую науку и промышленные предприятия для того, чтобы ВУЗы готовили именно тех специалистов, которые нужны на рынке. Запускает проекты по созданию ПИШей (Передовых инженерных школ). Однако такая совместная работа возможна там, где есть команды единомышленников, способные работать «плечом к плечу», а не только осваивать выделенные государством деньги.

В КХТИ такой командой для Вакууммаша является группа инженеров под руководством профессора, доктора технических наук, директора Института нефтяного и химического машиностроения Бурмистрова А.В. Начиная с 2013 г., когда мы начали совместный проект по созданию производства спиральных вакуумных насосов в Казани, первых «сухих» вакуумных насосов для Вакууммаша, совместная команда Вакууммаша и КХТИ разработала несколько проектов, которые запущены или готовятся к запуску в производство. Здесь и насосы Рутса большой производительности, винтовые вакуумные насосы, спиральные вакуумные насосы с сальфонным уплотнением.

Такое тесное сотрудничество бесспорно помогло выжить Вакууммашу в сложные 90-е годы. С другой стороны, без этого сотрудничества, скорее всего, не было бы кафедры «Вакуумная техника электрофизических установок», которая готовит инженеров-вакуумщиков. Сегодня же, когда АО «Вакууммаш» принял решение развивать направление криогенных насосов, я надеюсь, что мы совместными усилиями будем развивать подготовку и инженеров - криогенщиков в КХТИ.

Поэтому Казань стала союзным центром вакуумного машиностроения и сохраняет этот статус сегодня в России. В Казани есть всё для этого - научная база, своя школа по подготовке специалистов-вакуумщиков, есть АО «Вакууммаш» - крупнейшая компания в России, разрабатывающая и производящая вакуумное оборудование.

И сегодня мы говорим, что **«Казань – вакуумная столица России!»**

Безусловно, важнейшее значение для этого играет АО «Вакууммаш». Несмотря на заслуженный возраст, Вакууммаш сегодня молодое и динамично развивающееся предприятие.

Мы создали отличную производственную базу. Мы создали отличный коллектив единомышленников. Мы разрабатываем новые инновационные продукты, которые каждый год появляются на рынке.

Сегодня, когда поставки импортного вакуумного оборудования попали под санкционные ограничения, Вакууммаш принимает на себя новый вызов – разработать и начать выпуск оборудования необходимого для российской промышленности. Курс на развитие, на разработку новой техники, который мы выбрали 10 лет назад придаёт уверенности в результате. Кроме самых лучших в мире диффузионных вакуумных насосов, которые мы долгие годы разрабатываем и поставляем компании Leybold GmbH, в нашем портфеле сегодня спиральные вакуумные насосы, насосы Рутса большой и малой производительности, винтовые вакуумные насосы, водокольцевые и пластинчато-роторные насосы, вакуумная арматура, т.е. большинство необходимого вакуумного оборудования. В рамках выполнения ОКР для космодрома «Восточный» мы получили важнейшие компетенции по турбомолекулярным насосам, причём на магнитном подвесе, и научились их изготавливать. В 2023 году поставлена задача начать разработку и освоение криогенных вакуумных насосов. План по Новой технике на ближайшие годы включает десятки новых насосов, расширение линеек выпускаемых насосов по производительности и областям применения.

Я считаю очень важно заявить о наших амбициях и желании выйти на рынок с самыми современными продуктами. Можно сожалеть, но опыт последних лет доказал необходимость разработки и освоения производства всех необходимых средств откачки в России.

Убеждён, что несмотря на исключительную сложность поставленных задач, коллектив АО «Вакууммаш» справится с ними и в очередной раз подтвердит звание российского лидера вакуумного машиностроения, а Казань – звание вакуумной Столицы России.

Мы обязаны быть лучшими! 80 лет – это только начало!

Российское научно-техническое вакуумное общество имени академика С.А. Векшинского. Современное состояние и перспективы развития

С Б Нестеров

Российское научно-техническое вакуумное общество

им. академика С.А. Векшинского, г.Москва. ORCID 0000-0002-7457-4213

О рождении электровакуумной отрасли промышленности

В 2020 г. исполнилось 100 лет отечественной электровакуумной промышленности, основателем которой является Сергей Аркадьевич Векшинский (1896-1974) – Герой Социалистического труда, академик АН СССР, лауреат Ленинской и трех Государственных премий.

Академику С.А. Векшинскому принадлежат слова: «Самый факт зарождения у нас новой отрасли промышленности (электровакуумной, как ее теперь называют) привел к созданию и изучению новой техники – техники высокого вакуума, постепенное поднятие уровня которой вывело ее уже из круга чисто радио-технических интересов, расширив его горизонты в сторону рентгено-техники, техники выпрямления сильных токов, проводной связи, телевидения и телемеханики, электромедицины и технической химии.

Временем зарождения у нас электронных вакуумных приборов следует считать 1920 г., когда почти одновременно возникли четыре научно-технические группы, занявшиеся получением и применением высокого вакуума. Проф. М.А.Бонч-Бруевич с сотрудниками существовавшей тогда Радио-лаборатории НКПиТ работал в Нижнем Новгороде, проф. Н.Д. Папалекси – в Одессе, проф. А.А.Чернышев и проф. М.М.Богословский – в Ленинграде)».

Бурное развитие вакуумной техники в СССР в послевоенные годы определялось работами в следующих направлениях: атомный проект, освоение космоса, электроника, электрофизическое аппаратостроение.

Общественные профессиональные объединения в СССР и Российской Федерации – организаторы научно-информационной деятельности в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии (1960-2023 гг.)

- Комитет по вакуумному аппарату-и приборостроению Ленинградского областного правления НТО приборостроительной промышленности им. академика С.И. Вавилова. 1960-1971 гг. Руководители: М.И. Дрига, И.В. Мейзеров, Г.Л. Саксаганский.
- Всесоюзная секция вакуумного аппарату- и приборостроения Центрального правления НТО приборостроительной промышленности им. академика С.И. Вавилова. 1971 – 1991 гг. Руководитель Г.Л. Саксаганский.
- Российское вакуумное общество. 1992 – 2015 гг. председатель Быков Д.В., 2015 – н.в. Президент Нестеров С.Б.

3 декабря 1992 года было создано Российское научно-техническое вакуумное общество (РНТВО), в состав которого сегодня входят около 2500 членов. С 2015 г. РНТВО носит имя академика С.А. Векшинского.

Основные цели РНТВО

- Объединение передовой части ученых и инженеров для наращивания интеллектуального потенциала в сфере научной и инженерной деятельности, содействие ускорению научно-технического прогресса.
- Содействие развитию фундаментальных и прикладных исследований в областях науки, использующих вакуумную технику и технологию.

- Профессиональная консолидация, укрепление и развитие профессиональных связей и гуманитарных контактов между специалистами, занимающимися вопросами вакуумной техники и технологии.
- Содействие развитию научного и технического творчества, созданию наиболее благоприятных условий для творческой работы членов Организации.
- Представление законных интересов, содействие защите профессиональных, гражданских, социальных, авторских и иных прав членов.
- Содействие разработке и реализации международных, национальных, региональных проектов и программ в области науки и образования.
- Развитие и углубление сотрудничества в области науки и образования, развитие всесторонних связей с инженерно-технической общественностью, представителями предпринимательских структур.

Регулярные отечественные вакуумные мероприятия

- Научно-техническая конференция «Вакуумная наука и техника», РВО, Гурзуф, Сочи, Судак, Феодосия. Прошло 29 конференций. В период с 1994 по 2023 гг. опубликовано более 2600 докладов. Количество авторов более двух тысяч.
- Научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», СПбГПУ, ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, СПГЭТУ "ЛЭТИ" им. В.И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург. Прошло 29 конференций.
- Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России», МГТУ им. Н.Э. Баумана, ОАО ЦНИТИ «Техномаш». Прошло 24 конференции.
- Научно-технический семинар «Электровакуумная техника и технология». Прошло 40 заседаний. Количество авторов более двухсот.
- Студенческая научно-техническая конференция «Вакуумная техника и технология», КНИТУ, Казань. Прошло 11 конференций, на которых работали следующие секции:
 - Физические явления в вакууме, расчет вакуумных систем,
 - Средства получения и измерения вакуума, вакуумная арматура,
 - Вакуумные технологии,
 - Вакуумные установки.Опубликовано 704 доклада студентов и молодых ученых, представивших 33 учебных заведения из 20 городов России и 63 доклада ведущих ученых России в области вакуумной техники и технологии
- Всероссийская молодежная научно-практическая конференция «Вакуумная, компрессорная техника и пневмоагрегаты», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва. Прошло 11 конференций.

Журнал «Вакуумная техника и технология»

Издавался с 1991 г. Основные разделы журнала: физика вакуума, расчет вакуумных систем, измерения вакуума, течеискание, получение вакуума, проектирование вакуумных систем, производство электронных приборов, вакуумное напыление, имплантация, образование, конференции и семинары. Опубликовано около 1000 статей. Более одной тысячи авторов.

Национальная система непрерывной подготовки специалистов в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии

- Сочетание преимуществ высшего образования, отраслевой и академической науки, производства.
- Непрерывность профессиональной подготовки.
- Широкий охват регионов.
- Инновационный характер непрерывного образования.
- Преемственность поколений.
- Развитая инфраструктура.
- Опора на государственные образовательные стандарты подготовки специалистов в области физики вакуума, вакуумной техники и технологии.

- Ориентация системы на высокие технологии (ядерная энергетика, наноматериалы, наноэлектроника, космонавтика).
- Обеспеченность учебной и научной литературой на всех этапах системы непрерывной подготовки.

*Международная выставка вакуумной техники, материалов и технологий
«ВакуумТехЭкспо»*

Организатором выставки стала Международная выставочная компания MVK. Соорганизатором выставки – организатором деловой программы является РНТВО им.С.А. Векшинского.

Прошло 17 выставок, в которых приняли участие более 200 мировых и отечественных фирм – производителей вакуумного оборудования, в том числе из Австрии, Беларуси, Великобритании, Германии, Израиля, Китая, Кореи, Латвии, Лихтенштейна, Словакии, Словении, США, Турции, Украины, Франции, Швейцарии, Японии.

Основные цели выставки – демонстрация уникальных достижений в области вакуумной техники, материалов и технологий и их продвижение на рынок; установление деловых контактов, привлечение инвестиций; оказание содействия в формировании и реализации национальных и региональных программ в данной области.

Параллельно работала международная научно-техническая конференция «Вакуумная техника, материалы и технологии». В работе конференции приняли участие представители Беларуси, Германии, Китая, Кореи, Лихтенштейна, Монголии, Нидерландов, России, Румынии, Украины, Мьянмы. За 17 лет опубликовано 856 докладов, количество авторов – более 1000. Все эти годы выставка работала под девизом «Вакуумная техника, криогенная техника и нанотехнология – три кита, на которых держится мир высоких технологий». Этот девиз нашел непосредственное отражение в названиях секций научно-технической конференции: вакуумная техника и аэрокосмический комплекс; вакуумные технологии и оборудование; новые технологии формирования тонких пленок. Методики и исследования. Технологическое оборудование; нанотехнология и биотехнология; криогенная и криовакуумная техника.

Профессиональные ассоциации других стран, принимавшие участие в деловой программе выставки: Японская вакуумная промышленная ассоциация, Китайская ассоциация производителей вакуумной техники, Европейское общество тонких пленок, Американское вакуумное общество.

С самого начала мы озвучили известное китайское выражение «пусть распускается сто цветов, пусть сто школ спорят». Сегодня можно констатировать, что распустились более 400 цветов – именно столько организаций из России, ближнего и дальнего зарубежья приняли участие в работе выставки и конференции.

Для повышения эффективности выставки оказалась полезна следующая работа: проведение различных конкурсов, например «За лучший инновационный продукт в сфере высоких технологий», награждение молодых ученых за лучшие доклады, награждение медалью академика С.А.Векшинского выдающихся представителей науки, образования и промышленности, приглашение с докладами ученых и специалистов из смежных областей знания, проведение специализированных семинаров, работа по созданию единой терминологии, по стандартизации, публикации итогов выставки в различных специализированных журналах, создание и постоянное обновление аннотированной библиографии изданий по вакуумной технике и технологии, привлечение на выставку и конференцию студентов московских вузов, написание ими рефератов по итогам посещения, общение с зарубежными участниками выставки и посещение предприятий, которые они представляют, увековечивание памяти ушедших ученых.

В период 2010 – 2023 гг. проводился конкурс «За высокие инновационные достижения в сфере высоких технологий». Призами конкурса отмечены 114 лучших продуктов.

Выставка «ВакуумТехЭкспо» за 17 лет существования стала главным событием года в области отечественной вакуумной техники и технологии.

Не вызывает сомнения, что выставка «ВакуумТехЭкспо» будет содействовать развитию производственных и экономических связей, установлению новых деловых и личных контактов, обмену научно-технической информацией.

Просветительская и издательская деятельность

Создан и активно развивается музей вакуумной техники, расположенный сегодня в музее космонавтики (г.Калуга) В музее сегодня размещается около 500 экспонатов. Установлен камень в селе Спас-Угол в память полета Д.И.Менделеева в 1887 г. на воздушном шаре из Клина. Установлена мемориальная доска в Пскове на доме, где в 1896 г. родился С.А.Векшинский.

Создана и постоянно обновляется аннотированная библиография изданий по вакуумной технике. Создана аннотированная библиография книг из личной библиотеки академика С.А.Векшинского.

Составлен перечень 100 книг по вакуумной технике, изданных на русском языке в период с 1746 г. по настоящее время .

Издан англо-русский и русско-английский словарь по вакуумной технике, включающий 4500 терминов .

Издана терминология по вакуумной технике и технологии

Систематизированы и опубликованы сведения о конференциях, семинарах и общественных организациях в области вакуумной науки, техники и технологии в СССР и России в период с 1960 по настоящее время.

Направления развития отечественной вакуумной техники и технологии

Вакуумное сообщество России обладает значительным потенциалом. Наибольший потенциал сосредоточен в Московском регионе, Санкт-Петербурге, Казани, Саратове, Новосибирске, Омске, Томске, Красноярском крае.

Дальнейшее развитие России во многом определяется инноватикой. Наша страна должна сохранить позиции индустриально развитой державы, в связи с этим в социально-экономических приоритетах нашего государства особое место занимают вопросы развития наукоемких отраслей производства с высоким уровнем добавленной стоимости. Именно к таким наукоемким отраслям относится вакуумная техника.

Современная ситуация еще более повышает актуальность решения главной стратегической задачи – создания высокотехнологичной конкурентоспособной отечественной экономики, ориентированной на развитие сектора реального производства. Это особенно важно в период становления шестого технологического уклада, ведущую роль в котором будут определять био- и нанотехнологии, искусственный интеллект, глобальные информационные системы, новая медицина, другие высокие технологии. Новый импульс получают оборонный комплекс, космические технологии, гибкие автоматизированные производства, создание конструкционных материалов с заданными свойствами, альтернативные источники энергии, причем во всех этих направлениях в той или иной степени используются достижения вакуумной науки, техники и технологии.

Для этого необходимо существенно улучшить инвестиционный и деловой климат, укрепить инновационную составляющую в деятельности предприятий, решить кадровую проблему, расширить международные связи с дружественными странами.

1 ноября 2016 г. Мэр Москвы С. Собянин подписал постановление Правительства Москвы о присвоении Проектируемому проезду 738 наименования «улица Академика Векшинского».

ПРИВЕТСТВИЯ С БОРТА МКС

Космонавты Роскосмоса Александр Скворцов и Олег Скрипочка направили 13.04.2020 с борта Международной космической станции приветствие в адрес членов РНТВО:

«Уважаемые сотрудники научно-технического вакуумного общества имени академика Сергея Аркадьевича Векшинского!

В 2020 году отечественной электровакуумной отрасли исполняется 100 лет.

На борту Международной космической станции на орбите сегодня находится флаг вашего общества. Это событие посвящается всем российским ученым и специалистам, работавшим в разное время в области вакуумной и криогенной техники.

Мы приветствуем сотрудников флагмана отечественного вакуумного машиностроения акционерного общества «Вакууммаш», Московского государственного технического университета им.Н.Э.Баумана, Казанского научно-исследовательского технологического университета, членов Российского союза научных и инженерных общественных объединений.

Желаем вам успехов во всех направлениях вашей деятельности, в том числе в расширении международного технического сотрудничества с организациями космической отрасли».

Космонавты Роскосмоса Олег Артемьев, Денис Матвеев и Сергей Корсаков направили 12.04.2022 с борта Международной космической станции приветствие в адрес членов РНТВО:

"Уважаемые коллеги! Сердечно поздравляем вас с 30-летним юбилеем РНТВО им. академика С.А.Векшинского и началом работы выставки вакуумного и криогенного оборудования и 16-й научно-технической конференции "Вакуумная техника, материалы и технология".

Ваша работа в области создания испытательного оборудования для космической техники и определения негерметичности космических аппаратов особенно актуальна и важна для нас.

Сегодня, в день космонавтики, желаем вам успехов во всех направлениях вашей деятельности, в том числе в расширении научно-технического сотрудничества с организациями российской космической отрасли".

Космонавты Роскосмоса Сергей Прокопьев, Дмитрий Петелин и Андрей Федяев направили 11.04.2023 г. с борта Международной космической станции приветствие в адрес членов РНТВО:

"Уважаемые сотрудники Российского научно-технического вакуумного общества им. академика С.А.Векшинского! Сердечно поздравляем вас с началом работы 17-й выставки вакуумного и криогенного оборудования и 17-й конференции "Вакуумная техника, материалы и технология".

2023 год ознаменован тем, что 400 лет назад родился Блез Паскаль, выдающийся физик и математик, впервые показавший возможность существования пустоты.

В этом году исполняется 80 лет ведущему предприятию в области вакуумного машиностроения АО "Вакууммаш", г.Казань.

Уважаемые коллеги! Ваша работа по созданию испытательного оборудования для космической техники особенно важна для нас.

Желаем вам успехов во всех направлениях вашей деятельности, в том числе по созданию вакуумного и криогенного оборудования и подготовке высококвалифицированных кадров.

11 апреля 2023 г. РНТВО им. академика С.А.Векшинского награждено почетной грамотой Совета Федерации Федерального собрания Российской Федерации за активную пропаганду и содействие реализации научно-технической и экономической политики государства, большой вклад в повышение престижа инженерной профессии.

Литература

1. Д.Быков, С.Нестеров. Российскому научно-техническому вакуумному обществу 20 лет. Наноиндустрия. № 4(34) / 2012. с. 8 – 9.
2. Вакуумная техника. История. Статистика. Образование. Тенденции развития. Под ред. С.Б. Нестерова. М.: НОВЕЛЛА. 2014. – 128 с.
3. Нестеров С.Б., Беляева Е.В. Вакуумная техника. Библиография. Терминология. Транслитерация. Даты. М.: НОВЕЛЛА. 2014. – 146 с.
4. С.Б. Нестеров. Российская вакуумная техника и технология. Научно-технический журнал «Наука и технологии в промышленности», 3-4/2016, с.68-74.
5. Sergey Nesterov. The Russian Scientific and Technical Vekshinski Vacuum Society (RSTVVS). Pp.140-141. IUVSTA International Union for Vacuum Science, Technic and Applications. Science and Tecnology for society across the world. History of the International Union for Vacuum Science, Technic and Applications and Short Histories of the National Vacuum Societies. Updated by M-G Barthes – LABRAOUSSE for the 2001 -2016 period from the second edition by J.L. Robins and J.M. Lafferty (2001). 3d Edition.2018. 166 p.
6. С.Б. Нестеров. Десять лучших инновационных продуктов выставки VacuumTechExpo 2019. Наноиндустрия. Том 12 №5 (91) 2019. С.284-292.

«Послезавтра» вакуумных технологий

Я О Желонкин¹

¹ ООО «ФЕРРИ ВАТТ»

E-mail: zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

Аннотация: Доклад об этапах жизни рынка вакуумного технологического оборудования в новейшей истории РФ на примере деятельности компании «ФЕРРИ ВАТТ», а также авторский взгляд на перспективы и предложения по развитию отрасли.

1. Введение (... - 1991)

Вакуумная техника и технологии (ВТТ) являются базовыми, а в некоторых отраслях – единственными, при производстве изделий микроэлектроники, широко используются в машиностроении, автомобилестроении, авиации, энергетике, атомной и космической отраслях.

В 2020 г. исполнилось 100 лет отечественной вакуумной промышленности. Бурное развитие вакуумной техники в СССР в послевоенные годы определялось работами по направлениям атомного проекта, освоения космоса, электроники, электрофизического аппаратостроения [1]. С 1991 года отечественная вакуумная техника была замещена иностранным оборудованием и продукцией, произведенной с применением вакуумных технологий, а именно – процессоры, детали автомобилей с покрытиями (поршневые кольца, вкладыши, детали АКПП), металлорежущий инструмент с покрытиями, авиадвигатели, оптика гражданского назначения, дисплеи, приборы воздействия высокоэнергетическими пучками – медицинские (рентген, МРТ, КТ, онко-терапия), исследовательские, промышленные и др. Импорт вакуумного оборудования в 2021 году составил 33 млрд. рублей, а выпуск отечественного оборудования - 3 млрд. рублей [2].

В текущих внешнеполитических условиях главной стратегической задачей является обеспечение национального технологического суверенитета, в котором ключевую роль занимает вакуумная техника и технологии. Своевременная программа развития отрасли вакуумной техники позволит исключить риск отсутствия ключевого оборудования и технологий, ввоз которых в страну не возможен, а также сформирует фундамент для дальнейшего роста сопутствующей промышленности и экономики в период становления шестого технологического уклада, ведущую роль в котором будут определять био- и нанотехнологии, искусственный интеллект, глобальные информационные системы, новая медицина, другие высокие технологии. Новый импульс получают оборонный комплекс (БПЛА, системы оптического наведения, электроника), металлообработка, ядерные и космические технологии, гибкие автоматизированные производства, создание конструкционных материалов с заданными свойствами (покрытия, композиты, аддитивные технологии), альтернативные источники энергии.

2. Анализ рынка (1991 – 2022)

Настоящий анализ представляет авторский взгляд на динамику изменения объема рынка и структуры рынка РФ вакуумного технологического оборудования отечественного производства в период с 1991 года до настоящего времени по следующим направлениям:

- Технологии вакуумного и плазменного напыления тонких пленок и покрытий (PVD, CVD, PECVD, ALD и др.);
- Технологии обработки различных материалов в высокочастотной (ВЧ) плазме пониженного давления (ССР, ICP);
- Вакуумное оборудование для формования композитных материалов и вакуумной пропитки изделий смолами и лаками;
- Установки испытаний в вакууме, имитации космического пространства, испытания электроракетных двигателей (ЭРД);
- Вакуумные печи различного назначения;

• Специальное промышленное и лабораторное вакуумное и плазменное оборудование (оборудование зонной плавки, в т.ч. монокристаллов, установки вакуумной плавки).

Выбор технологических направлений и период анализа продиктован историей и сферой деятельности компании «ФЕРРИ ВАТТ», которая была основана в 1991 г. [3]. Анализ рынка произведен на основании количественной оценки маркетинговых запросов и исполненных контрактов «ФЕРРИ ВАТТ», с учетом приведения ценовых показателей объемов рынка к безразмерным условным единицам (у.е.), позволяющим качественно сравнить динамику изменения рынка с поправками на изменения валютных и сырьевых курсов. На рисунке 1 представлены графики, отображающие объем и структуру рынка в рассматриваемый период. Структуризация рынка проведена по двум классификациям - с разделением на частного и государственного заказчика (рисунок 1, а), с разделением оборудования по назначению на гражданское, специальное и научно-исследовательское (рисунок 1, б).

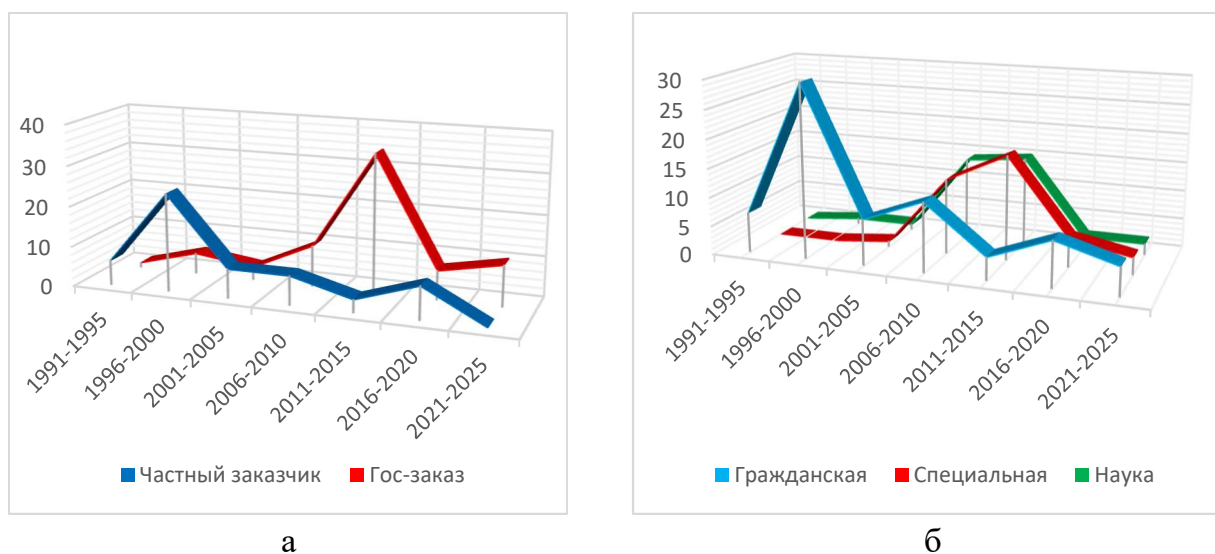


Рисунок 1. Объем (в у.е.) и структура рынка вакуумного технологического оборудования с 1991 г с разделением на частного и государственного заказчика (а) и с разделением оборудования по назначению на гражданское, специальное и научно-исследовательское.

Первое десятилетие (1991 – 2000) выражается в динамичном возникновении малых частных компаний, производящих гражданскую продукцию различного назначения – стекла, зеркала, мебель, сантехника, посуда, детали автомобилей и др. Свободный рынок заполняется дефицитными для Советского периода товарами, при производстве которых находится место и вакуумным технологиям – нанесение защитных покрытий на детали машин, напыление зеркал, тонировочных и энергосберегающих покрытий на витражные стекла, износостойких покрытий металлорежущего инструмента, пропитка электротехнической продукции. Экономический кризис и дефолт 1998 г. сильно сказывается на себестоимости выпуска конечной продукции в РФ, которая активно начинает замещаться «дешевым» товаром из Китая. 90-е и начало 00-х годов характеризовались для компании большими заказами на серийные установки ВАТТ-1200 и ВАТТ-1600 – было продано более 40 установок в различных исполнениях в РФ и странах СНГ. В дальнейшие годы – частный заказ на вакуумное технологическое оборудование, практически, «сошел на нет», по причине неконкурентности цен на отечественную продукцию с иностранными аналогами.

Государственные предприятия, занимающиеся выпуском высокотехнологичной продукции в Советский период, и активно использовавшие вакуумные технологии, в 90-е, напротив расцвета «частного рынка», переживали период «упадка и приватизации». Указанный период характеризуется очень низкими темпами обновления и наращивания производственных активов и научно-исследовательской базы государственных предприятий. Ситуация начала меняться в лучшую сторону в начале 2000-х за счет государственной поддержки и госзаказа. В 2007 г создана государственная корпорация «Ростех», объединившая предприятия в различных высокотехнологичных отраслях –

авиация, судостроение, электроника, продукция специального назначения. В том же, 2007 г. создана государственная корпорация «Росатом», которая, в отличие от других отраслей, в силу специфики и стратегической государственной важности, смогла наиболее эффективно сохранить кадры и предприятия в период 90-х годов.

Задавшись целью «догнать» западные технологии, период с начала 2000-х годов и до сегодняшнего дня характеризовался спросом государственного заказчика на уникальное, нестандартное, несерийное вакуумное оборудование для совершенно различных задач, что определило ключевую компетенцию компании «ФЕРРИ ВАТТ» – решать нестандартные задачи в сжатые сроки. Россия смогла успешно пережить Мировой экономический кризис 2008 года по причине низкой интеграции в международную производственную кооперацию и высокой доли в экономике сырьевого экспорта. Период после кризиса – 2008-2014 гг, характеризовался самыми высокими темпами развития рынка ВТТ в РФ. После 2014 г. в динамике рынка наблюдается спад и выход на стагнационный уровень в связи с международными событиями и санкционной политикой наиболее технологически развитых стран (США, Европа, Япония) в отношении РФ. В период с начала 2000-х и до 2022 г., преобладающая доля, до 90%, объема рынка вакуумного технологического оборудования и комплектующих (средства откачки и измерения вакуума, КИПиА), составляла импорт из указанных стран.

Период 2020-2022 года, в контексте мирового рынка ВТТ, характеризуется спадом, по причине мировой пандемии COVID-19, которая вызвала сокращение объемов производства комплектующих, сбоев международной логистики, а также объемов сбыта оборудования и продукции с применением вакуумных технологий производителям конечной продукции. Особенно чувствительным для других рынков оказался дефицит полупроводниковой продукции (микросхем).

3. Перспективы (2022 - ...)

В начале 2022 года, в связи с объявлением специальной военной операции (СВО), ведущие страны - поставщики вакуумных комплектующих, оборудования и продукции, изготовленной с высокой долей применения вакуумных технологий, объявили санкции, «де-факто» - полное эмбарго, на поставку товаров. Высвобождение рынка предложений и необходимость сохранения уровня социальной жизни и обеспечения граждан высокотехнологичными товарами и услугами, такими как - электроника, авиатранспорт, автомобильная техника и автокомпоненты, электрические машины «большой» энергетики, формируют колоссальный потенциал для роста объемов рынка и уровня технологического развития Российской вакуумной техники. Однако, риском для заполнения существующего спроса Российскими товарами могут выступить продукция азиатских стран, которые применяют активную политику по «замещению» рынков, освободившихся от западных товаров, путем «демпинга» цен, инвестициями в производства на территории РФ. Если продукция специального и стратегического назначения имеет некоторую защиту в лице государства, то отечественная высокотехнологичная продукция массового потребления может развиваться только при условии консолидации производителей и государственной поддержки.

Заключение

Вакуумная техника – стратегическая отрасль высоких технологий, при этом малый рынок ВТТ в РФ (десятки млрд. руб.) формирует мега-рынки (триллионы рублей) внутреннего потребления высокотехнологичной продукции, которая в настоящее время не замещена ушедшими западными товарами.

Вакуумная техника, как отрасль, является стратегической для обеспечения национального технологического суверенитета страны в различных направлениях – транспорте, энергетике, оборонной способности, уровне цифрового развития. При этом Вакуумная техника, как отрасль, на сегодняшний день не имеет национальной программы развития.

В заключении, выражаю личное мнение и предложение, что реализовать доступный потенциал рынка можно только консолидовав представителей рынка ВТТ в рабочую межведомственную группу на стыке науки, образования, бизнеса, государственных корпораций, государственных органов с последующей разработкой и исполнением рабочей группой «Дорожной карты» или Федеральной целевой программы по развитию национального проекта в области ВТТ в интересах развития смежных отраслей применения. «ФЕРРИ ВАТТ», имея за плечами более 30-лет опыта разработки и производства

вакуумного технологического оборудования в различных направлениях, готов приложить максимальные усилия для реализации вышеуказанных предложений. Только совместными, координированными усилиями мы можем сделать «послезавтра» вакуумных технологий уже сегодня.

Список использованных источников

- [1] Нестеров С Б 2018. Журнал «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ» № 1. – С. 4-21.
- [2] Панфилов Ю В, Родионов И А, Колесник Л Л, Бабурин А С. 2022. Труды 29-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием, Санкт-Петербург, 68-72
- [3] Желонкин Я О, Бикташев А А, Желонкин О В. 2021. Десятая Российская студенческая научно-техническая конференция: материалы конференции С. 38-43.

Вакуумная техника

Моделирование рабочего процесса бесконтактных вакуумных насосов

А В Бурмистров¹, А А Райков¹ и С И Саликеев¹

¹ Кафедра Вакуумной техники электрофизических установок, Казанский национальный исследовательский технологический университет, 420015, Казань, ул. Карла Маркса, 68

E-mail: burm@kstu.ru

Аннотация. Проведен обзор основных методов математического моделирования рабочих процессов бесконтактных вакуумных насосов. Рассмотрены особенности и основные этапы разработки универсальной математической модели винтового, спирального, двухроторного и кулачково-зубчатых насосов. Представлены результаты математического моделирования откачных характеристик и представлено их сравнение с экспериментальными данными. Разработанную методику математического моделирования можно рекомендовать для анализа влияния геометрии и рабочих условий на откачные характеристики широкого круга бесконтактных безмасляных вакуумных насосов.

Современные вакуумные технологические процессы требуют создания «чистой» среды. Долгое время для создания такой среды использовались паромасляные насосы или насосы с масляным уплотнением с применением различных ловушек [1]. Однако совершенствование машиностроительных технологий позволило изготавливать бесконтактные вакуумные насосы с достаточно малыми зазорами (на уровне десятков микрон) и отказаться от использования для уплотнения зазоров вакуумного масла. Это позволяет оптимизировать систему откачки, а также снизить остаточные загрязнения рабочей среды. К бесконтактным насосам относятся спиральные, винтовые, кулачково-зубчатые (КЗВН) и двухроторные (рисунок 1), работающие в диапазоне низкого и среднего вакуума.

Разработка и совершенствование данных машин возможно только на основе математического моделирования. На сегодняшний день существует несколько подходов к моделированию рабочего процесса объемных насосов.

Одним из самых быстрых способов расчета является метод, основанный на определении разности величин прямой объемной откачки и обратных перетеканий через щелевые каналы роторного механизма насоса. В работе [2] этот метод применяется для расчета откачных характеристик двухроторного насоса (ДВН) типа Рутс. Несмотря на то, что в нем используются усредненные по углу поворота роторов параметры и не учитывается теплообмен внутри насоса, он дает достаточно хорошую сходимость с экспериментом в условиях среднего вакуума при дополнении эмпирическим коэффициентом заполнения.

Метод пробной частицы Монте-Карло достаточно широко используется в вакуумной технике для определения проводимости каналов сложной геометрии [3,4]. Моделируя поведение пробной частицы с учетом ее столкновений с движущимися элементами насоса можно проводить расчеты откачных характеристик. Недостатками этого метода являются большие затраты вычислительной мощности и возможность расчета только в молекулярном и переходном режимах течения газа.

Наиболее полную информацию о рабочем процессе в вязкостном режиме течения можно получить методами вычислительной гидрогазодинамики (CFD) [5, 6]. Однако, в бесконтактных насосах присутствуют очень протяженные каналы и изменяющаяся по углу поворота роторов рабочая полость, что значительно усложняет расчетную область и задачу расчета в целом. Требуется создание достаточно качественной расчетной сетки с определенным шагом для каждого угла поворота. Также приходится сочетать различные модели течения газа для моделирования турбулентности в рабочем объеме и течений в малых зазорах.

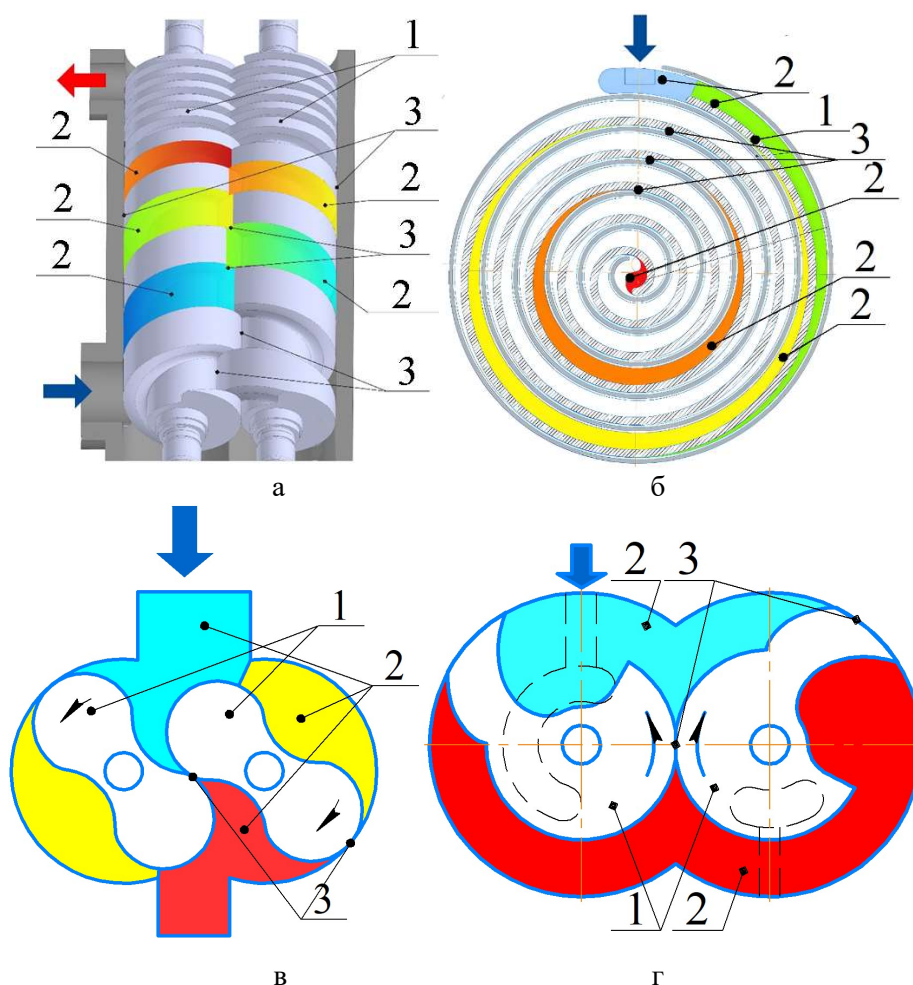


Рисунок 1. Схемы основных бесконтактных вакуумных насосов: а – винтовой, б – спиральный, в – ДВН типа Рутс, г – КЗВН, 1 – ротора, 2 – контрольные объемы, 3 – зазоры.

Использование сеточных уравнений Больцмана позволяет проводить расчет во всех режимах течений [7]. На данный момент этот метод реализован в вычислительных пакетах только на базовом уровне. Также существует проблема неустойчивости решения на границе подвижных тел, что ограничивает его применение при расчетах роторных насосов. Однако хорошие возможности распараллеливания расчета делают этот метод перспективным.

Достаточно высокую точность расчета, возможность использования во всех трех режимах течения газа, небольшие требования к вычислительным ресурсам показывает метод решения уравнений состояния и сохранения энергии в дифференциальной форме. Этот подход был предложен в работе [8] и заключается в решении соответствующих уравнений

$$\begin{aligned} \frac{dP}{d\alpha} &= \frac{k-1}{\omega V} \left(\omega \frac{dQ_T}{d\alpha} + G_{пр} h_{пр} - G_{ут} h_{ут} - \frac{k}{k-1} \omega P \frac{dV}{d\alpha} \right), \\ \frac{dT}{d\alpha} &= \frac{(k-1)T}{\omega PV} \left(\omega \frac{dQ_T}{d\alpha} + \frac{k-1}{k} (G_{пр} - G_{ут}) \cdot h_{ут} + G_{пр} (h_{пр} - h_{ут}) - \omega P \frac{dV}{d\alpha} \right), \end{aligned} \quad (1)$$

где Q_T – внешнее подведенное тепло; $G_{пр}$, $G_{ут}$ – секундный приход и уход газа из контрольного объема; $h_{пр}$, $h_{ут}$ – энтальпия притекающего и утекающего газа; k – показатель адиабаты; P – давление; T – температура; V – объём; ω – угловая скорость ротора; α – угол поворота ротора.

Этот метод, также можно назвать камерным, поскольку он предполагает постоянство параметров газа в пределах одного объема (камеры), позволяет определить параметры газа в любом положении роторов насоса. На первом этапе геометрия рабочих элементов описывается математически с помощью параметрических уравнений. Для описания геометрии роторов большинства бесконтактных насосов используются уравнения эвольвент, эпициклоид и эллипсов.

На следующем этапе рабочая полость разбивается на контрольные объемы (камеры). Так для насоса типа Рутс рабочая полость условно разделяется на 4 объема (рисунок 1): объемы в окрестностях патрубка всасывания, нагнетания и пара отсеченных объемов. Для каждого рассматриваемого объема строится зависимость его величины от угла поворота роторов. Одновременно с этим рассчитываются площади теплообмена.

Величина перетеканий определяется согласно универсальной методике расчета проводимостей, действенной во всех режимах течения [9, 10] и работающей для каналов самой различной геометрии. Также может использоваться методика расчета [11], позволяющая учитывать движение стенок канала относительно рабочей полости.

В основе модели лежат следующие допущения:

1. Рабочая среда рассматривается как идеальный газ;
2. Изменение параметров газа под влиянием внешних факторов в пределах каждой полости происходит мгновенно;
3. Параметры газа перед всасывающим и за нагнетательным патрубками постоянны;
4. Колебания давления и температуры во всасывающем и нагнетательном патрубках в процессе работы насоса не учитываются.
5. Газ, проходя через каналы между спиральными приобретает среднюю температуру его стенок. Энергия газа передается в виде тепла к стенкам в равных долях.

Для каждого рассматриваемого объема записывается система уравнений (1). Полученная система уравнений может быть решена численным методом LSODE (Livermore Solver for Ordinary Differential Equations) в пакете Mathematica. Начальными условиями являются давление и температура газа в откачиваемом объеме и параметры газа на выходе из насоса. В результате решения находятся зависимости давления и температуры в рассматриваемых объемах от угла поворота роторов.

Расчет ведется методом последовательных приближений. Зависимости давления и температуры от угла поворота в рабочих объемах, необходимые для расчета, в первом приближении неизвестны, поэтому они задаются средними между давлениями входа и выхода. При расчете следующего приближения в систему уравнений, в качестве начальных условий подставляются параметры газа, полученные в результате решения на предыдущей итерации.

Итоговые индикаторные диаграммы для спирального, кулачково-зубчатого и двухроторного насосов показаны на рисунке 2. Сравнение расчетов с экспериментальным индицированием, проведенным в работах [12, 13], показывает хорошую сходимость.

Путем интегрирования массового расхода, проходящего через входное сечение за один оборот, можно получить быстроту действия насоса во всем диапазоне давлений на входе. На рисунке 3 показаны экспериментальные и расчетные зависимости быстроты действия для спирального, кулачково-зубчатого и двухроторного насосов. Расхождение эксперимента и расчета для всех насосов не превышает 10 %.

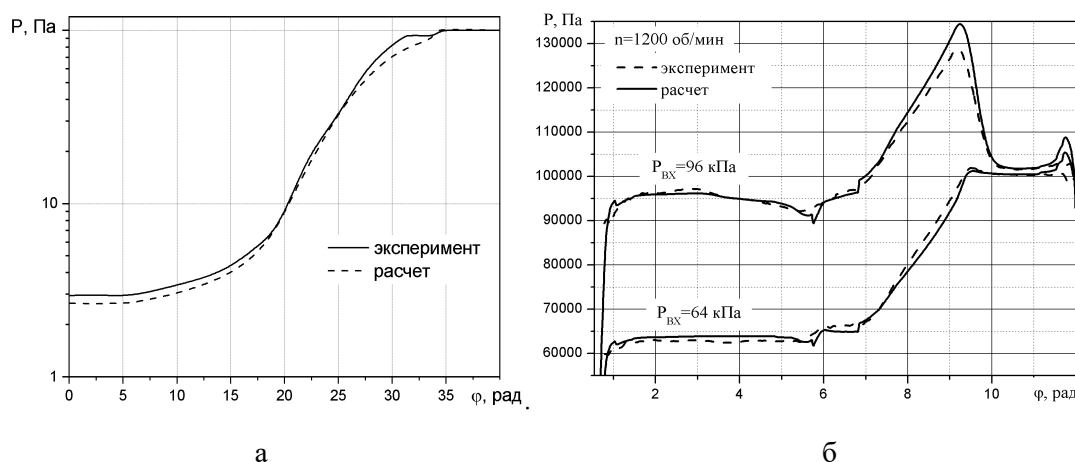


Рисунок 2. Сравнение экспериментальных и расчетных индикаторных диаграмм для Спирального насоса (а) и КЗВН (б).

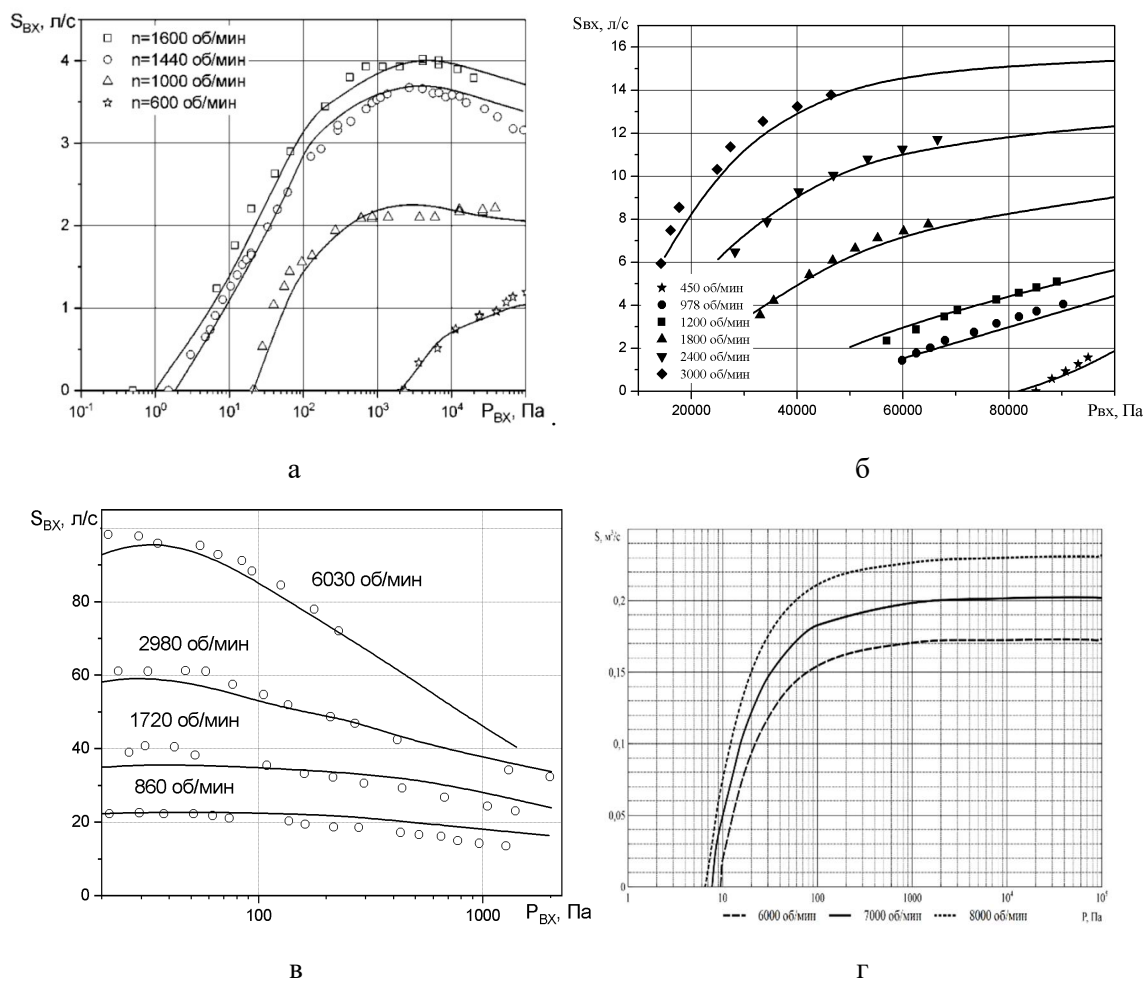


Рисунок 3. Сравнение экспериментальных (точки) и расчетных (линии) зависимостей быстроты действия от давления для Спирального насоса (а), КЗВН (б), ДВН (в) и Винтового (г).

Таким образом, рассмотренный в данной работе камерный метод расчета откачных характеристик бесконтактных объемных вакуумных насосов дает хорошую сходимость с результатами экспериментов, что позволяет рекомендовать его использование при проектировании всех видов бесконтактных машин.

Список литературы

- [1] Хаблянян М.Х. Вакуумная техника. Оборудование, проектирование, технологии, эксплуатация. Ч.2. Вакуумные насосы: учеб. пособие / М.Х. Хаблянян, Г.Л. Саксаганский, А.В. Бурмистров. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2016. - 300 с.
- [2] Бурмистров А.В. Создание и исследование бесконтактных вакуумных насосов: дис...докт.техн.наук / А. В. Бурмистров; МГТУ им. Н.Э. Баумана. – Москва, 2006. - 363с.
- [3] Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Андросов А.В. Расчет сложных вакуумных систем. Учебное пособие М.: Изд-во МЭИ, 2001. - 180с.
- [4] Salikeev S. Conductance of slot channels formed by cylindrical walls : Monte Carlo calculations and experimental studies in the molecular gas flow regime / S. Salikeev, A. Burmistrov, M. Bronshtein, M. Fomina // Vakuuum in Forschung und Praxis, 2013. - vol. 25(4). - p.34-38.
- [5] S.Sun, D. Zhao, X. Jia, X. Peng, Three-dimensional numerical simulation and experimental validation of flows in working chambers and inlet/outlet pockets of Roots pump, Vacuum, 2017. –vol. 137, p. 195-204.

- [6] G. Singh, S. Sun, A. Kovacevic, Q. Li, C. Bruecker, Transient flow analysis in a Roots blower: Experimental and numerical investigations, *Mechanical Systems and Signal Processing*, 2019. - vol. 134. - p.106305.
- [7] Ahangar E.K. Simulation of rarefied gas flow in a microchannel with backward facing step by two relaxation times using Lattice Boltzmann method – Slip and transient flow regimes / E. K. Ahangar, M. B. Ayani, J. A. Esfahani // *International Journal of Mechanical Sciences*, 2019. – vol. 157–158 – p. 802–815.
- [8] Мамонтов М. А. Вопросы термодинамики тела переменной массы. Тула, Приокское книжн.изд-во, 1970. 87 с.
- [9] Salikeev S. Non-contact vacuum pumps. A general-purpose method for conductance calculation of profile slot channels / S. Salikeev, A. Burmistrov, M. Bronshtein, M. Fomina // *Vakuum in Forschung und Praxis*, 2014. - vol. 26(1). – p. 40-44
- [10] Salikeev S.I., Burmistrov A.V., Bronshtein M.D., Fomina M.G. Raykov A.A. Conductance Calculation of Slot Channels with Variable Cross Section in Molecular–Viscous Flow Regime. *Vakuum in Forschung und Praxis*, 2015. - vol. 27(1). p. - 36-40.
- [11] Raykov A. Calculation of backward flow in channels with moving walls in oil free non-contact vacuum pumps / A. Raykov, A. Tyurin, A. Burmistrov, M. Bronstein, M. Fomina // *AIP Conference Proceedings*, 2019. – № 2141,030024 – 1–6с.
- [12] Райков, А.А. Рабочий процесс безмасляного кулачково-зубчатого вакуумного насоса. Монография / А.А. Райков, С.И. Саликеев, А.В. Бурмистров // Казань: Издательство КНИТУ, 2013. - 184 с.
- [13] Tyurin A. Study of oil free scroll vacuum pump characteristics: Comparison of experimental and calculated data / A. Tyurin., A. Burmistrov, S. Salikeev, A. Raykov, M. Fomina // *Vakuum in Forschung und Praxis*, 2020. - vol. 32(6). – p. 42-44.

Требования к элементной базе газовакуумных систем технологического оборудования

С В Сажнев

ООО «Элточприбор», 124460, Москва, Зеленоград

E-mail: gas@eltochpribor.ru

Аннотация. Современный уровень характеристик тонкопленочных и микроэлектронных структур предъявляет высокие требования к элементам, входящим в оборудование. Рассмотрены критические параметры, влияющие на чистоту технологического процесса. Установлены основные требования к используемым элементам газовакуумной системы.

1. Вступление

В современном технологическом оборудовании, предназначенном для ростовых процессов, плазмохимии, нанесения и обработки тонких пленок, исследовательском оборудовании, часто в качестве технологической среды используются различные газы и газовые смеси. При этом предъявляются очень высокие требования по чистоте рабочих газов. Применяемые газы могут являться пожаро- и взрывоопасными, а также химически активными.

Требования по чистоте некоторых технологических газов приведены в таблице 1 [1].

Таблица 1. Требования к чистоте технологических газов.

Газ	Хим. формула	Содержание основного вещества	Примеси				
			Вода (H ₂ O), ppm	Водород и все гидрокарбонаты, ppm	Азот, ppm	Кислород, ppm	Другие, ppm
Кислород	O ₂	99,999	<0,1	<0,1	<5		
Гелий	He	99,99	<0,1	<0,1	<20		
Фреон	C ₂ F ₆	99,99	<0,2	<10			
Фреон	C ₂ Cl ₂ F ₂	99,99	<0,2	<10			
Гексафторид серы	SF ₆	99,995	<0,2	<10	<40		
Хлор	Cl ₂	99,99	<0,2	<10		<10	
Трихлорид бора	BCl ₃	99,999	<0,2			<1	HCl - <0,1 CH ₄ - <0,5
Азот	N ₂	99,99	<5			<3	
Аргон	Ar	99,995	<1		<50	<1	

Столь высокие требования к чистоте подаваемых газов возможно поддерживать только при соблюдении определенных условий ко всей системе подачи газов.

Современная газовакуумная система – это многокомпонентная система, в состав которой входят сотни метров труб разного диаметра, десятки газовых и газораспределительных шкафов, газовых панелей, регуляторов расхода газа, клапанов, редукторов, манометров, очистителей, фильтров и др. При транспортировке газа от источника до рабочей камеры технологического оборудования площадь внутренней поверхности газовой системы может составлять до единиц и даже десятков квадратных метров. Поэтому именно внутренняя поверхность газовой системы, которая непосредственно контактирует с технологическими газами, является основным источником влаги и других молекулярных загрязнений и частиц.

Исследования, проведенные в токийском исследовательском центре микроэлектроники, показали, что газовая распределительная система ответственна за 68% загрязнений в технологии изготовления КМОП изделий [2].

2. Газораспределительная система

К газораспределительной системе можно отнести следующие компоненты:

1. Непосредственно газы, смеси и соединения, находящиеся в парогазообразном состоянии. Поставляемые реагенты должны соответствовать паспортным данным по химическому составу и чистоте и поступать на предприятие в специально подготовленных емкостях.

2. Система трубопроводов, обеспечивающих передачу газов от источника к технологическому оборудованию.

Во-первых, следует обратить внимание на выбор материала трубопровода. Для особо чистых газовых систем принято использовать сталь 316L, характеризующуюся стабильным химическим составом, высокой коррозионной стойкостью, поддающейся качественной электрополировке и обладающей хорошей свариваемостью.

Во-вторых, монтаж трубопроводов должен проводиться высокотехнологичными орбитальными сварными аппаратами с запрограммированными технологическими режимами в среде особо чистого аргона с целью минимизировать (не допустить) процесс окисления сварного шва в процессе сварочных работ. Применение разъемных соединений в трубопроводной системе следует минимизировать, так как они являются потенциальными источниками утечек.

Конструкция системы подачи газа должна исключать наличие застойных не продуваемых зон, служащих накопителем загрязнений.

3. Элементы, входящие в газовакуумную систему.

К основным элементам относят запорную, регулирующую и защитную арматуру, контрольно-измерительные приборы и исполнительные механизмы.



Рисунок 1. Вентиль (кран) мембранный (KM-22).

Запорная арматура предназначена для полного перекрытия потока рабочей среды. К ним относятся краны, вентили, клапаны и т.д. (рисунок 1).

Регулирующая арматура (регуляторы расхода газа, регуляторы давления, уровня, дроссельная арматура) предназначена для регулирования основных параметров рабочей среды (рисунок 2).



Рисунок 2. Регулятор давления (РДМ-25В).

Защитная и предохранительная арматура (отсечные клапаны, предохранительные клапаны, обратные клапаны и др.) (рисунок 3).

Рассмотрим основные требования к элементарной базе с точки зрения минимальной привносимой дефектности.

Вентили (краны и клапаны):

- Обеспечить минимальную генерацию микрочастиц при открытии и закрытии элемента;
- Ограничить застойные зоны;
- Высокая коррозионная стойкость всех входящих в элемент деталей.

Наилучшим образом вышеперечисленных требований являются мембранные клапаны. Они обладают высокой герметичностью, большой пропускной способностью и не имеют застойных зон.



Рисунок 3. Клапан предохранительный (Swagelok® SS-4R3A).

Регуляторы расхода газа (РРГ).

Высокотехнологичный элемент, обеспечивающий прецизионную подачу реагентов в рабочую камеру. Должен иметь высокое быстродействие и воспроизводимость заданных параметров, а также обеспечивать надежную работу в процессе эксплуатации. Нередко РРГ взаимодействуют с агрессивными, коррозионно-активными и токсичными газами. Поэтому прецизионность прибора должна сочетаться с высокой коррозионной стойкостью и герметичностью. Применение полимеров позволяет сделать конструкцию РРГ более технологичной и удобной в эксплуатации, однако при требованиях высокой чистоты необходима полная замена полимерных конструкционных материалов на материалы из металла, так как полимеры сохраняют большую концентрацию остаточной влаги, являющуюся источником загрязнений.

Манометры.

Классические манометры построены на основе трубки Бурдона, являющейся датчиком давления. Эта трубка представляет собой идеальную застойную зону, которая соприкасается с газом и которую сложно очистить. Рекомендуется использовать специальные мембранные манометры, предназначенные для работы в сверхчистых системах.

Необходимо отметить, что, несмотря на высокие требования к конструкции и материалам элементарной базы, генерация частиц в процессе работы этих элементов будет присутствовать. Для особо чистых процессов непосредственно перед выходом в установку следует устанавливать фильтр тонкой очистки для ультрафильтрации частиц и лимитирующих примесей из газов и газовой системы.

5. Выводы

При создании особо чистой газораспределительной системы необходимо учитывать следующие принципы:

1. Правильный выбор конструкционных материалов и элементов газовакуумной системы.
2. Минимизация застойных зон.
3. Монтаж трубопроводов методом орбитальной сварки.
4. Ввод в газовую систему линий продувки и вакуумной откачки трубопроводов.
5. Проведение технологических испытаний перед вводом в эксплуатацию.
6. Аттестация системы и проведение регламентных работ.

Список литературы

- [1] Сажнев С В 2014 Международный форум-выставка «Атомная энергия для устойчивого развития». Официальный каталог, стр 121-25.
- [2] Steven D Chenng, Geoffrey L Mooney and David L Jensen, October, 1995 «Designing, installing a gas distribution system in a sub – 0,5 mm facility», Micro, pp 59-67.

Вакуумплотная слабо проводящая керамика на основе алюмината бария

А А Жданок, Л К Бердникова, З А Коротаева, Б П Толочко, В В Булгаков и Д А Краснов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: a-zhdanok@mail.ru

Abstract. Методом твердофазного синтеза получена и исследована керамика на основе алюмината бария. Введение в состав порошковой композиции смешанной добавки Fe_2O_3 и LiOH с последующим обжигом компактированного образца в окислительной среде способствует получению вакуумплотных образцов керамики плотностью $3,75 \text{ г/см}^3$, прочностью при сжатии $597,1 \text{ МПа}$ и удельной электропроводностью в диапазоне $1,50 \cdot 10^{-7} - 1,05 \cdot 10^{-4} \text{ См/см}$ (при температуре $90 \div 300^\circ\text{C}$). Скорость утечки гелия для них составляет менее $5 \cdot 10^{-10} \text{ мбар} \cdot \text{л/сек}$, что соответствует критерию герметичности – «абсолютно непроницаемые».

1. Введение

Керамика, которая используется в качестве элемента вакуумной системы ускорителя, а именно для снятия статического заряда с внутренних поверхностей камер, должна удовлетворять ряду требований [1, 2]: обладать достаточной механической прочностью, что особенно важно при получении вакуумно-прочных соединений металла с керамикой; обладать хорошими вакуумными свойствами; быть достаточно проводящей, чтобы предотвратить накопление зарядов вследствие выхода частиц из ускорителя и осаждения их на стенки камеры, в противном случае возникающие электростатические поля могут приводить к отклонению и рассеянию ускоряемого пучка.

Одним из представляющих интерес керамических материалов для вышеуказанных приложений являются алюминаты бария. Наиболее распространенный метод их синтеза – твердофазное спекание оксидов, гидроксидов, карбонатов [3]. Проблема получения электропроводящих характеристик керамики на основе алюминатов бария может быть решена с помощью частичного изоморфного замещения оксида алюминия на оксид железа [4-6] либо введением в состав ионов щелочных металлов, которые обладают большой подвижностью, особенно Na^+ и Li^+ , увеличивающейся при повышении температуры [7].

В данной работе приведены результаты исследования влияния различных условий высокотемпературной обработки (без давления и под давлением) на физико-механические свойства керамики на основе алюмината бария с добавками оксида железа (III) и гидроксида лития.

2. Экспериментальная часть

Были получены порошковые композиции на основе оксидов бария (BaO) и алюминия ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) с токопроводящими добавками. В качестве добавок использовали оксид железа (III) (Fe_2O_3) и гидроксид лития (LiOH) в качестве источника Li^+ . Оксидные материалы смешивали с добавками и без в активаторе АГО-3 при 60 г в течение 60 секунд . Составы порошковых композиций представлены в таблице 1.

Таблица 1. Составы порошковых композиций.

№	Состав, мас.%			
	γ -Al ₂ O ₃ (ТУ 6-68-164-99)	BaO (ГОСТ 10203-78)	Fe ₂ O ₃ (ТУ 6-09-5346-87)	LiOH (ТУ 6-09-3767-84)
1	79,96	20,04	-	-
2	61,95	18,64	19,41	-
3	61,6	18,5	19,3	0,6

Формовочную смесь готовили из порошковых композиций, смешанных с дистиллированной водой, формовочная влажность – 9 %. Полученную смесь засыпали в стальные формы и прессовали на гидравлическом прессе ПЛГ-20 при давлении 200 МПа. Образцы сушили на воздухе в течение 24 часов, а затем в сушильном шкафу при температуре 200 °С. Высокотемпературную обработку образцов проводили при режимах: 1 – обжиг в воздушной (окислительной) среде при 1600 °С; 2 – предварительный обжиг при температуре 1500 °С в среде инертного газа с последующим горячим изостатическим прессованием (ГИП) при 1600 °С и давлении в камере 200 МПа.

Для полученных образцов керамики определяли среднюю плотность (ρ), предел прочности при сжатии (σ), удельную электрическую проводимость (δ), вакуумную герметичность по скорости утечки гелия (ω) при давлении $(1,5-2,5) \cdot 10^{-2}$ мбар, твердость по Виккерсу (τ).

3. Результаты и обсуждение

На основе анализа физико-механических характеристик (таблица 2) установлено, что введение добавки Fe₂O₃ (состав 2) приводит к увеличению плотности и прочности образцов керамики при режиме обжига в окислительной среде на 52,9% и 201,5 %, введение смешанной добавки на основе Fe₂O₃ и LiOH (состав 3) – на 56,3 % и 230 %, соответственно. Твердость образцов, полученных из композиции состава 3, максимальная и составляет 915 HV20.

Все образцы керамики, полученные с применением ГИП-обработки, обладают меньшей плотностью и соответственно меньшей прочностью при сжатии.

Для керамических образцов составов 2 и 3, обожженных в окислительной среде, была определена герметичность по скорости утечки гелия. Вакуумной плотностью (по критерию герметичности [8] – «абсолютно непроницаемые») обладают образцы керамики состава 3. Скорость утечки гелия для них составляет менее $5 \cdot 10^{-10}$ мбар·л/сек. Образцы керамики состава 2 соответствуют критерию «газонепроницаемые».

Керамика на основе алюмината бария является диэлектриком [9]. Введение добавки оксида железа (III) и гидроксида лития позволяет получить керамику с электрической проводимостью. Анализ полученных данных показал, что проводимость образцов обладает сильной температурной зависимостью и варьируется при 90-300 °С для керамики состава 2 в диапазоне $3,09 \cdot 10^{-8}$ - $2,14 \cdot 10^{-5}$ См/см, для керамики состава 3 – в диапазоне $1,50 \cdot 10^{-7}$ - $1,05 \cdot 10^{-4}$ См/см.

Таким образом, образцы состава 3, обожженные в окислительной среде, полностью соответствуют требованиям, которые предъявляют к керамическим материалам, применяемым в качестве элемента вакуумной системы для снятия статического заряда с внутренних поверхностей камер (наличие вакуумплотных и проводящих характеристик, механической прочности).

Таблица 2. Свойства конструкционных образцов керамики.

№ образца	Вакуумные испытания									
	ρ , г/см ³		σ , МПа		τ , HV20		Продолжительность испытания, мин	ω мбар·л/сек	δ , См/см (при 90-300 °С)	
	1	2	1	2	1	2	1	1	1	
1	2,40	2,15	180,8	102,5	-	-	-	-	-	

2	3,67	3,39	542,7	485,0	721	489	5	$3 \cdot 10^{-7}$	$3,09 \cdot 10^{-8}$ - $2,14 \cdot 10^{-5}$
3	3,75	3,31	597,1	520,8	915	430	30	$< 5 \cdot 10^{-10}$	$1,50 \cdot 10^{-7}$ - $1,05 \cdot 10^{-4}$

1,2 – режимы высокотемпературной обработки

4. Выводы

Методом твердофазного синтеза с использованием механической обработки на стадии подготовки порошковой композиции получена керамика на основе оксидов бария и алюминия без добавок и с добавками оксида железа (III) и гидроксида лития.

Показана зависимость механических свойств керамики от режима высокотемпературной обработки. Введение в состав порошковой композиции смешанной добавки Fe_2O_3 и LiOH с последующим обжигом компактированного образца в окислительной среде способствует получению более плотных (на 56,3 %) и прочных (на 230 %) образцов керамики по сравнению с образцами без добавок; скорость утечки гелия для них составляет менее $5 \cdot 10^{-10}$ мбар·л/сек, что соответствует критерию герметичности – «абсолютно непроницаемые».

Введение в состав порошковой композиции добавки Fe_2O_3 позволяет получить образцы керамики с удельной электропроводностью (при температуре $90 \div 300^\circ\text{C}$) в диапазоне $3,09 \cdot 10^{-8}$ - $2,14 \cdot 10^{-5}$ См/см; добавки Fe_2O_3 и LiOH – в диапазоне $1,50 \cdot 10^{-7}$ - $1,05 \cdot 10^{-4}$ См/см.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП по Соглашению 075-15-2021-1359 от 13.10.2021 г. (Внутренний номер 15. СИН.21.0015).

Литература

- [1] Власов А Г Вакуумные камеры и вакуумная система бетатронов 15 - 25 Мэв // Известия Томского политехнического института. 1957. Т. 87: Электронные циркулярные ускорители. С. 301–8.
- [2] Левин А М Конструкционные материалы и герметики в вакуумном приборостроении // Машиностроение, 1986. 60 с.
- [3] Mohapatra M, Pattanaik D M, Anand S, Das R P Effect of barium to aluminium ratio on phases leading to barium aluminates // Ceramics International. 2007. V. 33. P. 531–35.
- [4] Naoufal D, Millet J, Garbowski E, Brullé Y, Primet M Synthesis, structure and catalytic properties of Fe-substituted barium hexaaluminates // Catalysis Letters. 1998. V. 54(3), P. 141–8.
- [5] Machida M, Euchi K, Arai H High temperature catalytic combustion over cation-substituted barium hexaaluminates // Chemistry Letters. 1987. P. 767–70.
- [6] Беляев Б А, Дрокин Н А, Полубояров В А Исследование электрофизических характеристик катион-замещенной керамики гексаалюмината бария методом импедансной спектроскопии // Физика твердого тела. 2018. Т. 60. вып. 2. С. 269–75.
- [7] Балкевич В Л Техническая керамика: Учебное пособие для вузов. М.: Стройиздат. 1984. 256 с.
- [8] Книга по вакуумной технике основы течеискания от Leybold Лейбольд (перевод Лейфикон Вакуум Сервис // Электронные данные. Режим доступа: URL.: [https:// leyficon.ru/pdf/osnovi-techeiskanie-leybold.pdf](https://leyficon.ru/pdf/osnovi-techeiskanie-leybold.pdf) (дата обращения 17.04.2023).
- [9] Дриц М Е, Будберг П Б, Бурханов Г С, Дриц А М, Пановко В М Свойства элементов // Справ. изд. М.: Металлургия. 1985. С. 119.

Вопросы разработки прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений

А Е Вязовецкова¹, В В Вязовецков¹, Л К Кузнецова¹, Ю С Шпанский^{1,2}, А Е Vyazovetskova¹, V V Vyazovetskov¹, L K Kuznetsova¹, Y S Shpanskiy^{1,2}

¹ НИЦ «Курчатовский институт», Москва, пл. Курчатова, 1

² Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский университет МЭИ", Москва, ул. Красноказарменная, д.14, стр.1

E-mail: aev241@yandex.ru, vyazovetskov@rambler.ru, Kuznetsova_LK@nrcki.ru, Shpanskiy_YS@nrcki.ru

Аннотация. Обсуждаются вопросы разработки прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных соединений. Основным направлением совершенствования прогреваемых разъёмных соединений является минимизация потока натекания и увеличение количества термоциклирования. Предлагаются новые конструкции прогреваемых разъёмных соединений и методика их испытания на герметичность.

1. Введение

В сверхвысоковакуумных установках количество коммутационных устройств (фланцевые соединения, клапаны) может достигать 40 % от общего числа комплектующих изделий, и на их долю приходится до 57 % отказов в работе вакуумного оборудования [1].

Наличие течи в сверхвысоковакуумной системе приводит к сорбции атмосферных газов на внутрикамерных поверхностях с малой зависимостью от расположения и параметров средств откачки. Влияние сорбированного газа сказывается не только на величине предельного вакуума, но и в резком повышении давления при энергетическом воздействии на камеру (поднятии тока заряженных частиц в ускорителях, в процессе образования плазменного шнура в термоядерных установках).

2. Проведенные исследования

Рассмотрим некоторые вопросы выбора геометрии деформационной схемы прогреваемого разъёмного соединения.

Предположим, что начальная проводимость закрытого соединения – C_0 . Оценим влияние вносимой проводимости C на общую проводимость $C_{эфф}$. Согласно основным уравнениям вакуумной технике имеем

$$1/C_{эфф} = 1/C_0 + 1/C = (C_0 + C) / C_0 \cdot C, \text{ или} \\ C_{эфф} = C_0 \cdot C / (C_0 + C) = C_0 / (1 + C_0/C) = C / (1 + C/C_0) \text{ [м}^3/\text{с}]. \quad (1)$$

Из (1) следует, что количественно $C_{эфф}$ понижается по сравнению с C и C_0

$$C_{эфф} < \min\{C_0; C\} \quad (2)$$

Примем $X = C/C_0 > 0$ и рассмотрим зависимость эффективной проводимости от величины X . Тогда

$$C_{эфф} = f(C/C_0) = C_0 X / (X+1) = C_0 [1 - 1/(X+1)]. \quad (3)$$

Производная $C_{эфф}$ от X будет равна

$$C'_{эфф} = dC_{эфф}/dX = C_0/(X+1)^2 \quad (4)$$

График зависимости $C_{эфф}$ и $C'_{эфф}$ от X показаны на рисунке 1 и некоторые оценочные расчёты – в таблице 1 (очевидно, физический смысл имеет область $X > 0$).

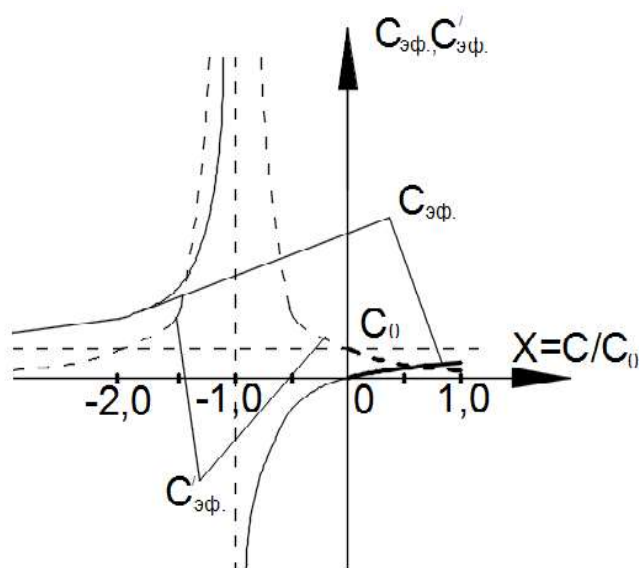


Рисунок 1. Зависимости эффективной проводимости $C_{эфф}$ и её производной $C'_{эфф}$ от вносимой проводимости C .

Таблица 1. Оценка влияния отношения вносимой проводимости C к начальной проводимости C_0 на величину эффективной проводимости закрытого разъёмного соединения.

X	0	1/16	1/8	1/4	1/2	1
$C_{эфф}$	0	0,0588 C_0	0,111 C_0	0,2 C_0	0,333 C_0	0,5 C_0
$C'_{эфф}$	C_0	0,857 C_0	0,79 C_0	0,64 C_0	0,444 C_0	0,25 C_0

Из рисунка 1 и таблицы 1 следует, что для снижения проводимости закрытого соединения наиболее выгодно использовать в уравнении (3) величину проводимости C в 10–100 раз меньше относительно начальной проводимости C_0 . При этом процент понижения C_0 составляет соответственно не менее 90% и 99%. Поэтому требуется искать закономерности, резко понижающие и фиксирующие величин $C_{эфф}$.

Основной причиной натекания разъёмного соединения является ползучесть материала уплотнителя из участка герметизации с понижением напряжения взаимодействия герметизирующих поверхностей. Для рабочего состояния разъёмного соединения условием отсутствия текучести пластичного материала для элементарной ячейки является неравенство

$$(\sigma_{\max} + \Delta\sigma_{\max}) - (\sigma_{\min} + \Delta\sigma_{\min}) \leq \beta \sigma_s, \quad (5)$$

где σ_{\max} , σ_{\min} – величины максимального и минимального значения напряжений в элементарной прямоугольной ячейке; σ_s – предел текучести материала уплотнителя; β – коэффициент, зависящий от величины среднего напряжения ($1 \leq \beta \leq 2/\sqrt{3} = 1,155$).

В ячейке перемещение материала не произойдёт, если близлежащий участок находится под напряжением, близким по значению с соседним.

Достаточными условиями поддержания вакуумно-плотного взаимодействия герметизирующих поверхностей в процессе термоциклирования соединения будем считать выполнение условий

$$\begin{cases} \varepsilon_i = S_i - S_{i-1} \approx 0 \\ \sigma_{i-1} \geq \sigma_i > \sigma_{дон}(K, T) \end{cases} \quad (6)$$

где S_i , S_{i-1} – площадь зоны герметизации в i и $i-1$ циклах термоциклирования соединения [m^2]; ε_i – изменение площади герметизирующей поверхности уплотнителя в i цикле эксплуатации разъёмного соединения [m^2]; σ_{i-1} , σ_i , $\sigma_{дон}(K, T)$ – величины напряжений деформации уплотнителя в зоне

герметизации в $i-1$ и i цикле эксплуатации соединения, а также величина допустимого напряжения, зависящего от конструкции деформационной схемы K и температуры устройства T [Н/м²].

Считаем, что требуемое соединение должно иметь следующие свойства:

- при герметизации наилучшее заполнение канавок шероховатостей (наибольшая поверхностная подвижность материала уплотнителя);
- сохранение условий взаимодействия между герметизируемыми поверхностями в процессе циклической эксплуатации (создание застойной зоны или воспроизводимых условий взаимодействия);
- рабочее состояние имеет слабую зависимость от снижения усилия взаимодействия герметизирующих поверхностей («клиновость соединения»).

Наличие застойной зоны при деформировании плоских стальных поверхностей штампами представлено Е.П. Унксовым в 1950 году и показано на рисунке 2 [2].

Таким образом, наиболее подвижным поверхностным материалом пластичного уплотнителя является поверхностный слой вблизи края штампа, где существуют соседние участки без механического нагружения. Перемещение пластичного материала уплотнителя резко снижается при наличии нагруженных соседних участков.

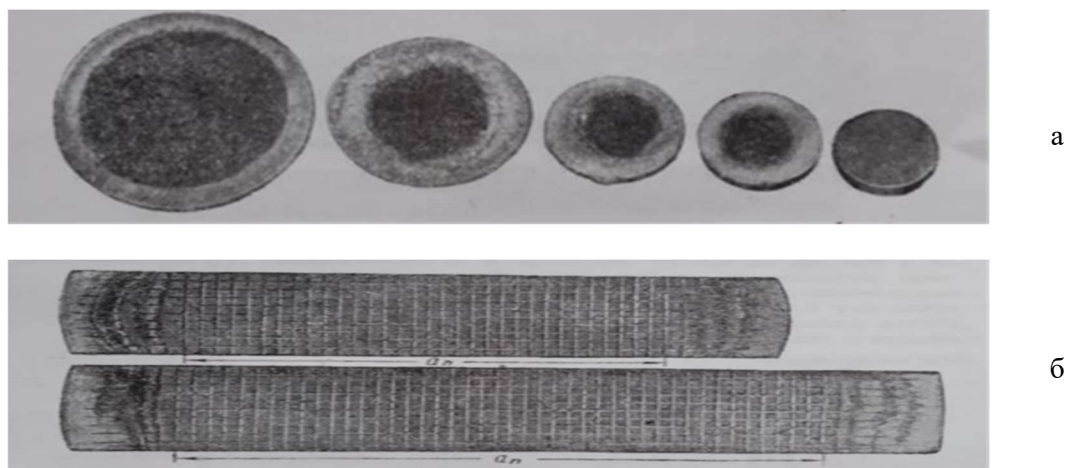


Рисунок 2. Образование застойных зон в центральной части плоских деталей при их деформировании плоским равномерным нагружением: деформация на плоском торце цилиндра (а) и деформации плоской стальной детали плоским штампом (б).

Изменение размеров уплотнителя соединения при его нагреве в грубом приближении можно записать в известном виде

$$\Delta D_y(T) \approx D_y(T) - D_{\text{фл}}(T) = D_0 [\beta_y(T) - \beta_{\text{фл}}(T)] \Delta T, \quad (7)$$

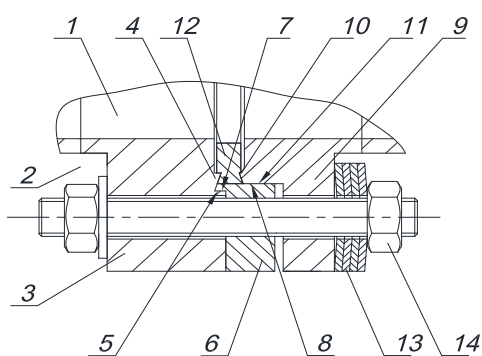
где $\Delta T = T - T_0$ – диапазон изменения температуры в процессе прогрева соединения; $D_{\text{фл}}(T)$ – диаметр герметизирующей поверхности фланца при температуре T ; $D_y(T)$ – диаметр герметизирующей поверхности уплотнителя при температуре T ; D_0 – общий начальный диаметр стыка герметизирующих поверхностей; $\beta_{\text{фл}}(\Delta T)$ – коэффициент температурного изменения размера фланца на интервале температур ΔT ; $\beta_{\text{упл}}(\Delta T)$ – коэффициент температурного изменения размера уплотнителя на интервале температур ΔT .

Из соотношения (7) видно, что с повышением условного прохода соединения изменение размера уплотнителя $\Delta D_y(T)$ увеличивается.

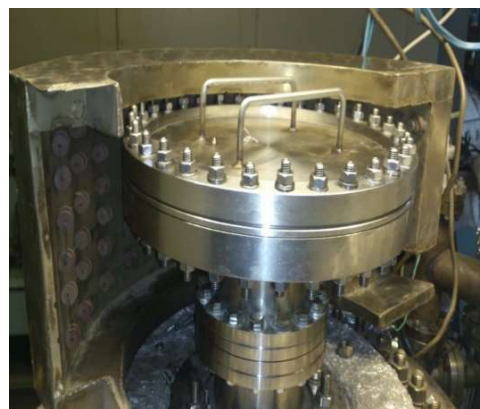
На основании указанных закономерностей были изготовлены макеты прогреваемых разъёмных соединений с диаметром условного прохода D_u 250 мм для решения двух задач. Первая задача – стыковка к стандартному фланцевому соединению с целью повышения количества термоциклов эксплуатации [3, 4]. Макет соединения, выполненный и испытанный на герметичность при комнатной температуре представлена на рисунке 3.

Для решения второй задачи – создания больших прогреваемых соединений – была разработана новая деформационная схема канавочно-клинового разъёмного соединения [5]. Данная схема должна обладать большей способностью сохранять герметичность соединения при снижении усилия герметизации вследствие меньшего угла наклона герметизирующих поверхностей относительно оси перекрываемого отверстия.

Изготовленные макетные образцы с новым канавочно-клиновым деформационным профилем показаны на рисунке 4. Проверка фланцев на герметичность при комнатной температуре прошла успешно, величина потока натекания находились за порогом чувствительности течеискателя.

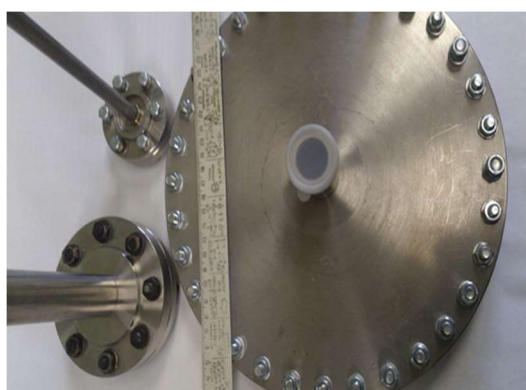


а



б

Рисунок 3. Конструкции узла стыковки к стандартному фланцу Ду 250 мм: а – конструктивное выполнение узла стыковки, б – общий вид соединения. 1 – объём вакуумируемый, 2 – атмосфера, 3 – стандартный фланец, 4 – герметизирующий выступ, 5 – центрирующая поверхность фланца, 6 – жёсткое центрирующее кольцо, 7 – центрирующая поверхность жёсткого кольца, 8 – посадочная поверхность жёсткого кольца, 9 – ответный фланец, 10 – герметизирующий выступ ответного фланца, 11 – посадочная поверхность ответного фланца, 12 – уплотнитель, 13 – упругие элемент в виде тарельчатых пружин, 14 – узел стягивания соединения.



а



б

Рисунок 4. Макеты фланцевых соединений с модернизированной канавочно-клиновой схемой с 1 двусторонней зоной герметизации: испытываемые фланцы Ду 250 мм, Ду 63 мм, Ду 35 мм (а); медная прокладка фланца Ду 250 мм с одной двусторонней зоной герметизации (б).

Проведены предварительные испытания фланцевых соединений Ду 250 мм типа CF, выполненных по ГОСТ 26526-85. Была применена методика измерения потока натекания при нагружении и разгрузки изучаемого соединения [6]. Установлено, что при первоначальном моменте затяжки в 18 Н·м соединение сохраняет вакуумную плотность при снижении момента до 5 Н·м. Начальная величина затяжки (8–12) Н·м способна сохранять герметичность соединения с проводимостью соединения до $1 \cdot 10^{-11}$ м³Па/с.

Также испытаны 2 прокладки канавочно-клинового типа. Первая прокладка была ранее затянута с некоторым усилием. Данное соединение позволило снизить величину момента затяжки крепежа до 18, 16, 14 Н·м без потери герметичности, которая проявилась при снижении прикладываемого момента затяжки до 12 Н·м. Вторая новая прокладка не смогла изначально обеспечить вакуумную плотность соединения при величине момента от 2 до 12 Н·м. Герметичность достигалась при повышении момента затяжки с 12 до 16 Н·м. Вакуумная плотность соединения сохранялась при снижении момента затяжки до 6 Н·м и теряла плотность соединения при уменьшении момента до 4 Н·м. Герметичность соединения восстанавливалась при увеличении момента затяжки до 8 Н·м и сохранялась при снижении момента затяжки до 6 Н·м.

3. Выводы

1. Наблюдается многолетняя *проблемная ситуация* в вопросе разработки крупногабаритных прогреваемых разъёмных соединений. Основным направлением совершенствования прогреваемых сверхвысоковакуумных разъёмных устройств выбрана концепция повышения циклов сохранения минимального потока натекания.

2. Сделаны следующие предложения для получения и сохранения минимальной проводимости конструкций:

- на стадии герметизации соединения следует повысить подвижность пластичного материала уплотнителя;

- локальный участок герметизации уплотнителя по его границам без зазоров механически запирается с образованием застойной зоны, препятствующей смещению материала уплотнителя;

- следует повысить протяжённость действия силовой системы упругого уплотняющего нагружения герметизирующих поверхностей, величина нагрузки должна находиться на плато графика зависимости величины натекания от прикладываемого усилия.

3. Разработана методика испытаний соединений с анализом потока натекания в процессе усиления и ослабления прикладываемых усилий.

4. Предложены и успешно испытаны при комнатной температуре новые конструкции прогреваемых разъёмных соединений.

5. Нужно учитывать возможность снижения прикладываемых усилий и габаритов устройств, повышения удобства эксплуатации, использование традиционных материалов и технологий изготовления устройств.

6. Требуется проведение дополнительных экспериментальных работ с оценкой проводимости закрытого соединения при его термоциклировании.

Благодарности

Работа выполнена по Тематическому плану НИЦ «Курчатовский институт» на 2022 и 2023 гг. Авторы выражают благодарность коллективу отдела прикладных плазменных технологий НИЦ «Курчатовский институт» за помощь в работе.

Список литературы

- [1] Курбатов О К, Данилов К Д., Филатовский Л А 1979 *Тез. докл. Отрасл. научно-техн. конф. Состояние и перспективы развития вакуумной арматуры* (Москва,), с. 5.
- [2] Унксов Е П 1950 *В сб. Новые исследования в области кузнечной технологии под ред. Унксова Е П, Гос. научно-техн. изд-во машиностроит. лит-ры, ЦНИИТМАШ, кн. 32, Машигиз, с.5-25*
- [3] Вязовецкова А Е, Вязовецков В В 2017 *Патент на полезную модель RU № 169 119 U1 Сверхвысоковакуумное уплотнительное соединение. Оpubл. 03.03.2017 Бюл. № 7.*
- [4] Вязовецков В В, Кузнецова Л К, Шпанский Ю С 2021 *Патент на полезную модель «Сверхвысоковакуумное прогреваемое соединение» №208698, F 16 L 17/08, опубл. 30.12.2021, Бюл. №1.*
- [5] Вязовецков В В, Вязовецкова А Е 2016 *Патент на изобретение RU № 2573 081 C2 «Канавочно-клиновое уплотнительное соединение». Оpubл. 20.01.2016 г. Бюл. № 26.*
- [6] Вязовецков В В 1984 *В сб. Электронное машиностроение, робототехника, технология ЭВП. – М.: МИЭМ, с.149–15.*

Численное моделирование системы откачки вакуумной камеры при импульсно-периодическом натекании

А А Моисеев, А А Филатов, А А Кишалов и П Г Смирнов
ООО «НПО Гелиосфера», 197374, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: moiseev@geliosfera.com

Аннотация. В работе рассматривается численное моделирование давления в вакуумной камере через интегральную оценку количества частиц. Источником частиц является плазменный двигатель, работающий в импульсно-периодическом режиме. Для моделирования используется метод трассировки частиц (метод Монте-Карло).

1. Введение

В настоящей работе рассмотрено численное моделирование вакуумной камеры при импульсно-периодической работе ЭРД с целью получить давление в камере при выходе на квазистационарный режим работы.

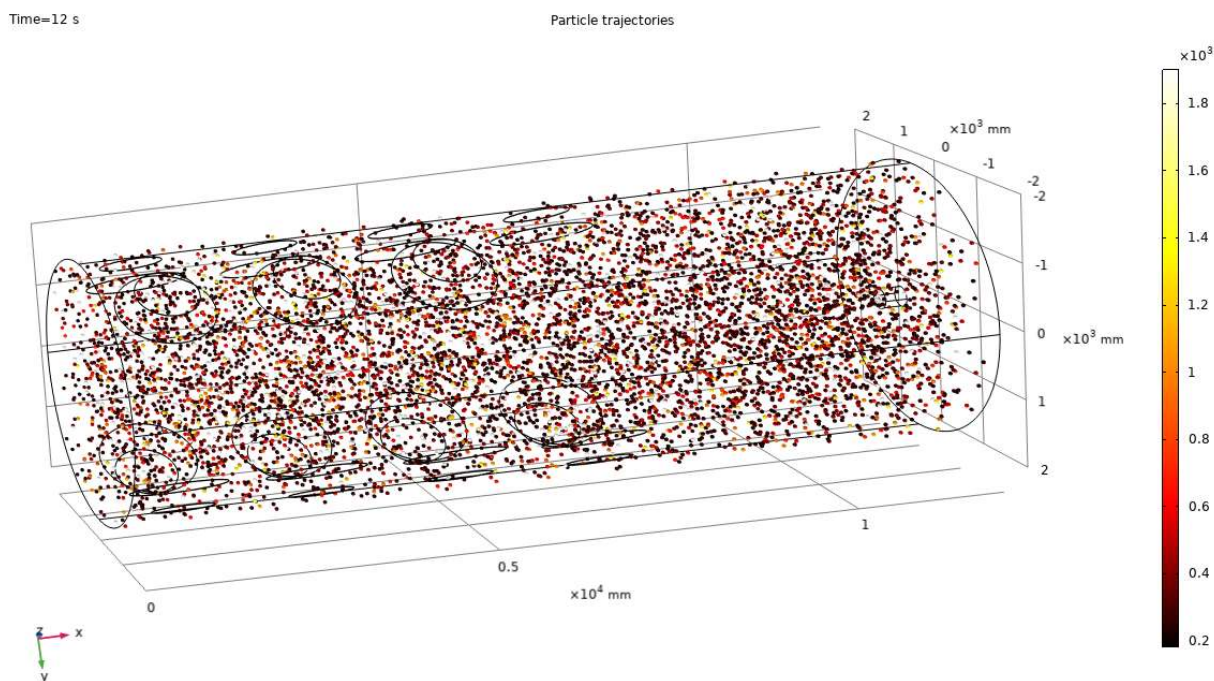


Рисунок 1. Рендер метода трассировки частиц. На легенде скорость частиц в м/с.

Для откачки камеры и поддержания требуемого давления в процессе проведения испытаний ЭРД предполагается использовать 15 криогенных насосов. Производительность насоса по водороду $60 \text{ м}^3/\text{с}$, емкость по водороду 150 ст. л.

В процессе работы двигателя в камеру поступает водород с расходом 60 мг/с , при этом давление в камере требуется поддерживать на уровне не более 0.133 Па .

Время проведения испытаний составляет 10...20 мин. за 20 минут в камеру поступит $\sim 0.06 \text{ г/с} * 20 * 60 = 72 \text{ г}$ водорода.

Емкость одного насоса 150 ст. л или $150/22.4 = 6.7$ моль водорода, при молярной массе водорода 2 г/моль , насосы смогут поглотить 200 г водорода.

2. Аналитический подход

Рассмотрим аналитический подход. Изменение давления в камере можно описать дифференциальным уравнением вида

$$V_0 \frac{dp}{dt} = -S \cdot p + Q_l \quad (1)$$

где V_0 - объем камеры, м^3 ; S - эффективная производительность насоса, $\text{м}^3/\text{с}$; p - текущее давление в камере, Па; Q_l - натекание в камеру, т.е. поток газа при данном давлении, поступающий в камеру за единицу времени, $\text{Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$.

При постоянном натекании Q_l и скорости откачки S уравнение (1) можно решить аналитически. Давление в камере через время t можно определить из выражения:

$$p(t) = \frac{p_0 - \frac{Q_l}{S_0}}{\exp\left(\frac{tS_0}{V_0}\right)} + \frac{Q_l}{S} \quad (2)$$

Эффективная производительность насоса определяется как

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{S_0} + \frac{1}{U_1} + \frac{1}{U_2} \quad (3)$$

где S_0 - производительность насоса, U_1 - проводимость патрубка крионасоса, U_2 - проводимость щели между экраном и стенкой криокамеры.

Проводимость патрубка

$$U_1 = 38.1 \frac{D^3}{L} \left(\frac{T}{M}\right)^{0.5} \quad (4)$$

где D - диаметр крионасоса, L - длина патрубка.

Для проводимости щели используется выражение проводимости отверстия площадью F и с произвольной формой

$$U_1 = 36.4 \left(\frac{T}{M}\right)^{0.5} \cdot F = 36.4 \left(\frac{T}{M}\right)^{0.5} \pi D h \quad (5)$$

где h - ширина зазора.

Для 15 насосов при постоянном натекании в камеру давление:

- при отсутствии экранов 0.087 Па
- при зазоре 0.3 м давление 0.1 Па
- при зазоре 0.1 м давление 0.126 Па.

В принципе, все варианты по давлению проходят, но при зазоре 0.1 м совсем без запаса.

Время выхода на постоянное давление ~10 сек (рисунок 3).

В камеру поступает 72 г водорода за 20 минут непрерывной работы, емкость насосов будет ~200 г.

3. Метод Монте-Карло

В случае применения метода Монте-Карло давление в вакуумной камере оценивается из уравнения состояния

$$P = \frac{2n}{3V} E_p \quad (6)$$

Где n - количество частиц в исследуемом объеме, V - объем камеры (или части объема), E_p - среднестатистическая энергия свободных («незамороженных») частиц в исследуемом объеме. В результате получаем изменение среднего давления в камере в течение времени.

Взаимодействие частиц с поверхностью описывается через тепловой коэффициент аккомодации, который в свою очередь зависит от угла падения на поверхность и энергии частицы (рисунок 2). Коэффициент аккомодации является сугубо экспериментальной величиной. Данные по тепловой аккомодации частиц Ar^+ падающих на медную поверхность как функция угла падения и энергии частиц. В случае комнатной температуры газа и поверхностей (газа), коэффициент аккомодации не действует.

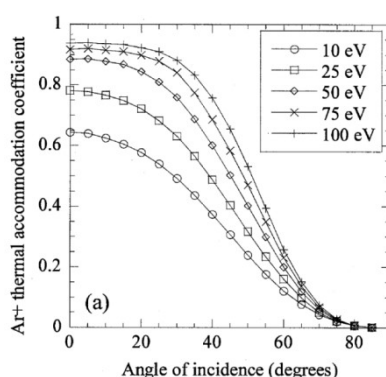


Рисунок 2. Коэффициент тепловой аккомодации частиц.

$$E_p = \frac{m_p U_p^2}{2} \quad (7)$$

Энергия частицы. Где m_p – масса частицы, U_p – скорость частицы. При столкновении с поверхностью, частица отдаст энергию E_{acc} , уменьшит свою скорость и изменит направление с вероятностью 50 % на 50% или произвольно или зеркально. Поглощенная энергия поверхностью:

$$E_{ac} = \frac{m_p U_p^2}{2} * a_c \quad (8)$$

где a_c – коэффициент аккомодации. Скорость отскочившей частицы после передачи энергии:

$$U_r = U_p * (1 - \sqrt{a_c}) \quad (9)$$

Таким образом, переданную поверхности энергию, накопленную в течение времени, можно рассматривать как тепловую нагрузку от потока частиц (рисунок 3).

Проведен численный расчет для случая с зазором 0,3м между насосами и криоэкранами. Из диска диаметром 300мм конусом выпускалось 2000 частиц каждые 0,01 секунды, в течение 12 секунд (всего выпущено 2400000 частиц). Насосы смоделированы как диск 900 мм с вероятностью прилипания частиц 40%. От стен частицы отскакивают, не меняя своей кинетической энергии. Камера представлена как цилиндр 12 метров длиной и 4 метра диаметром, что составляет объем ~150м³. Частицы друг с другом не взаимодействуют.

Из графика (рисунок 3) видно, что в случае применения метода трассировки частиц давление выходит на квазистационарный режим в течение полутора секунд, тогда как при аналитическом подходе требуется 6-8 секунд. Но при длительной работе двигателя (до нескольких десятков минут) это не играет роли. Уровень давления при методе Монте-Карло на 30 % ниже, но того же порядка. В рамках всего диапазона давления в ходе работы вакуумных криогенных насосов (от 0,00001 до 1 Па), отличие аналитического метода и метода Монте-Карло – незначительно.

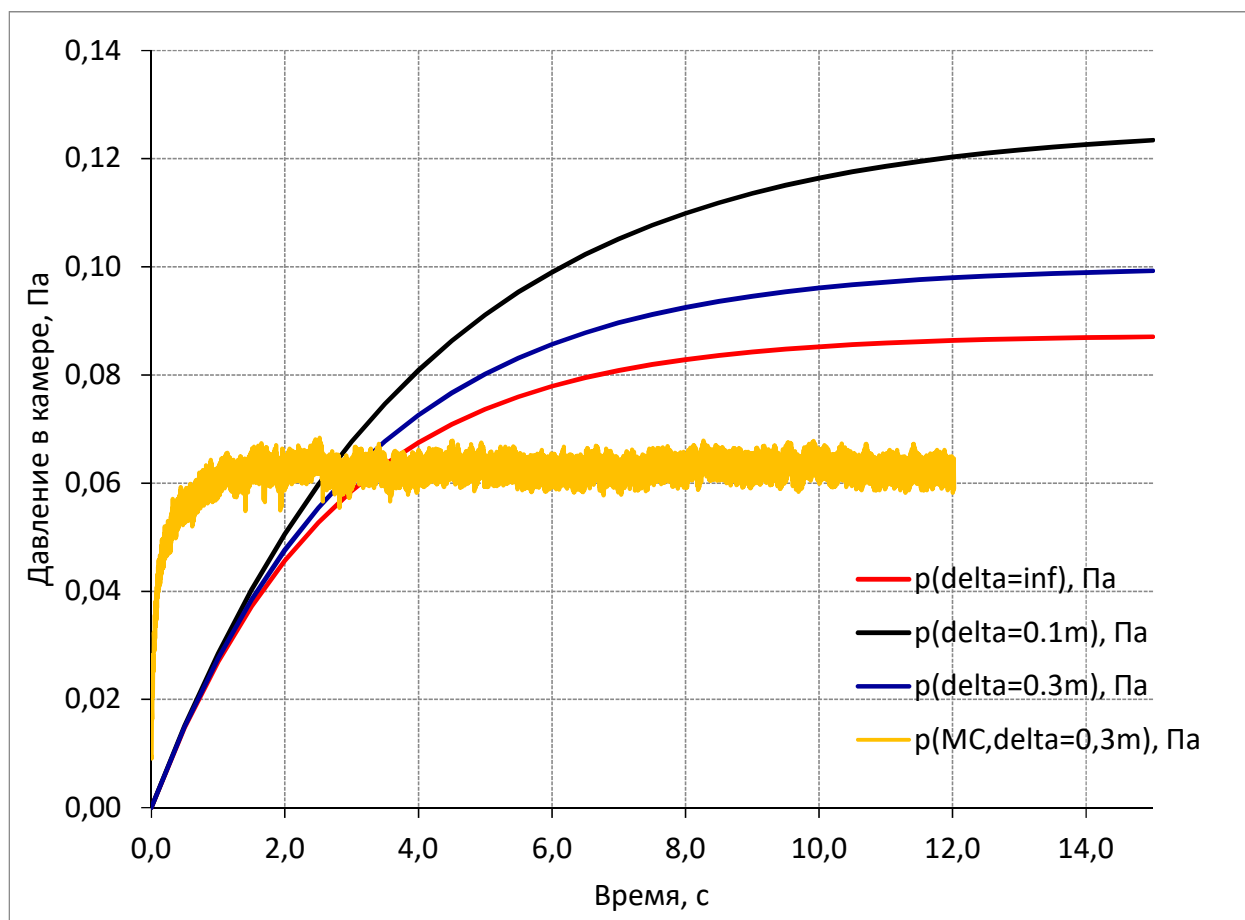


Рисунок 3. Выход на давления на режим: аналитический подход и метод Монте-Карло.

4. Заключение

Из сравнения аналитического и численного методов расчета давления на примере простой геометрии, которую можно оценить аналитически на основе эмпирически выверенных уравнений, можно говорить о том, что метод трассировки частиц дает корректные результаты. Далее можно перейти от простой геометрии насосов к более сложной, с более детальной конструкцией, включающей шевронные заслоны и сложные каналы. Также промоделировать элементы вакуумной камеры, разного рода преграды. Через распределение частиц в камере, можно описать профили давления по длине камеры или по сечениям.

Список литературы

- [1] Liu X Y, Daw M S, Kress J D; «Ion solid surface interactions in ionized copper physical vapor deposition»; Thin Solid Films 422 (2002) 141–149.
- [2] Шкарбан И И, Энергообмен между потоками ионов и поверхностями конструкционных материалов. Учебное пособие – М.: Изд-во МАИ, 1994. – 44 с.: ил.
- [3] Демихов К Е, Панфилов Ю В, Никулин Н К, Вакуумная техника: справочник, М.: Машиностроение, 2009.

Моделирование сверхвысоковакуумной откачки оборудования шлюзового типа

Ю В Панфилов, Л Л Колесник, Г М Сокол и А Тымина

Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана,
105005, г. Москва, Россия

E-mail: panfilov@bmstu.ru

Аннотация. Представлены результаты моделирования откачки вакуумных камер до сверхвысокого вакуума с учетом сорбционно-десорбционных процессов. Приведены результаты расчета времени сверхвысоковакуумной откачки шлюзовой и рабочей камер при различных давлениях и температурах прогрева.

1. Введение

Современное вакуумное технологическое оборудование для производства изделий микро и нанoeлектроники требует сверхвысоковакуумной технологической среды, в том числе и для ионно-плазменных процессов. В отличие от исследовательских установок, вакуумное технологическое оборудование должно иметь высокую производительность, что требует сокращения длительности сверхвысоковакуумной откачки как рабочих, так и шлюзовых камер. При откачке вакуумных камер до высокого и сверхвысокого вакуума необходимо учитывать десорбцию паров воды со стенок камеры и внутрикамерной оснастки, т.к. именно они при сверхвысоковакуумной откачке составляют большую часть остаточных газов в камере из алюминиевых сплавов или коррозионностойкой стали [1].

Сложность расчета режимов сверхвысоковакуумной откачки связана с постоянно изменяющимися условиями газообмена при изменении давления, от которого зависят поток газовой выделения с поверхности материалов в вакууме, количество адсорбированных газов на поверхностях внутри вакуумной камеры, быстрота откачки вакуумных насосов при приближении к предельному давлению и многие другие параметры вакуумных систем.

Целью данной статьи является применение известных методик расчета режимов сверхвысоковакуумной откачки к задачам проектирования шлюзовых систем современного вакуумного технологического оборудования.

2. Адсорбция паров воды

Степень покрытия поверхности молекулами адсорбированных газов влияет на свойства материалов и характер протекания поверхностных явлений таких, как адгезия тонких пленок, сухое трение и износ, эмиссионные процессы и т.д. Степень покрытия $\theta = \frac{a}{a_m}$, где a — количество молекул, адсорбированных на единице поверхности, a_m — количество молекул, необходимое для образования мономолекулярного слоя на единице реальной поверхности, которое можно определить по следующей формуле [2]:

$$a_m = \frac{4 \cdot T}{\pi \cdot d_m^2 (T + C)},$$

где d_m — диаметр молекулы, C — постоянная Сазерленда, T — температура поверхности.

Степень покрытия для моделирования сверхвысоковакуумной откачки играет ключевую роль, т.к. само понятие сверхвысокий вакуум имеет место при $\theta < 1$, интенсивность процессов сорбции и десорбции зависит от степени покрытия, а время образования мономолекулярного

слоя определяет требования к допустимой длительности перегрузки изделий между рабочей и шлюзовой камерами при известном давлении остаточных газов, состоящих при сверхвысоком вакууме в основном из паров воды.

В качестве объекта моделирования была выбрана установка АТС-2200, состоящая из двух вакуумных камер, разделенных затвором – шлюзовой и рабочей, причем обе камеры откачиваются одинаковыми средствами: спиральный насос + турбомолекулярный насос. Были измерены геометрические размеры камер установки АТС-2200, опыт эксплуатации которой показывает, что длительность откачки рабочей камеры до сверхвысокого вакуума существенно зависит от времени открытия затвора при загрузке в неё подложек из шлюзовой камеры (рисунок 1).

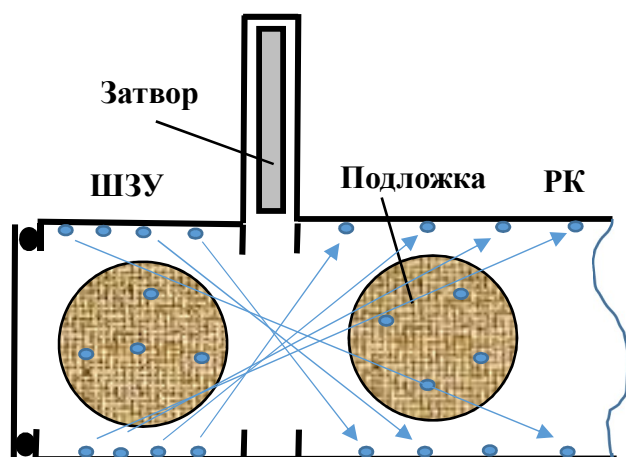


Рисунок 1. Схема перетекания газов из шлюзового загрузочного устройства (ШЗУ) в рабочую камеру (РК) при открытом затворе.

3. Результаты моделирования и обсуждение

Расчёт времени откачки t проводился по известной формуле [2]:

$$t = 2,3 \frac{V_k}{S_0} \lg \left(\frac{p_0}{P} \right) + \frac{F \cdot a_M \cdot h}{S_0(1-m)} (p^{m-1} - p_0^{m-1}). \quad (1)$$

Здесь: $p_0 = 2.8104$ кПа – давление насыщенных паров воды при комнатной температуре [3], $V_k = 0.137$ м³ – объём вакуумной камеры установки АТС-2200, $F = 1.471$ м² – площадь внутренней поверхности вакуумной камеры установки АТС-2200, $S_0 = 800 \frac{\text{л}}{\text{с}}$ – эффективная быстрота откачки вакуумной камеры турбомолекулярным насосом, p – давление в камере в данный момент времени, $a_M = 0.116 \frac{\text{м}^3 \text{Па}}{\text{м}^2}$ – количество адсорбированных в одном мономолекулярном слое молекул воды при комнатной температуре [4], $h = 1$, $m = 0.3$ – коэффициенты изотермы адсорбции Френдлиха для паров воды на коррозионностойкой стали при комнатной температуре [2]. Быстрота действия спирального насоса составляла $8 \frac{\text{л}}{\text{с}}$.

При моделировании принимаем, что шлюзовая камера откачивается до давления 10^{-3} Па – кривая откачки паров воды показана на рисунке 2. Такое давление выбрано потому, что быстрота откачки паров воды при комнатной температуре значительно уменьшается при более низком давлении. Камера шлюзового загрузочного устройства соединяется затвором с рабочей камерой, которая предварительно прогревается и откачивается до давления 10^{-6} Па. После откачки шлюзовой камеры затвор открывается, давление паров воды в двух камерах выравнивается и становится равным 10^{-3} Па, при этом пары воды адсорбируются на стенках рабочей камеры (рисунок 1).

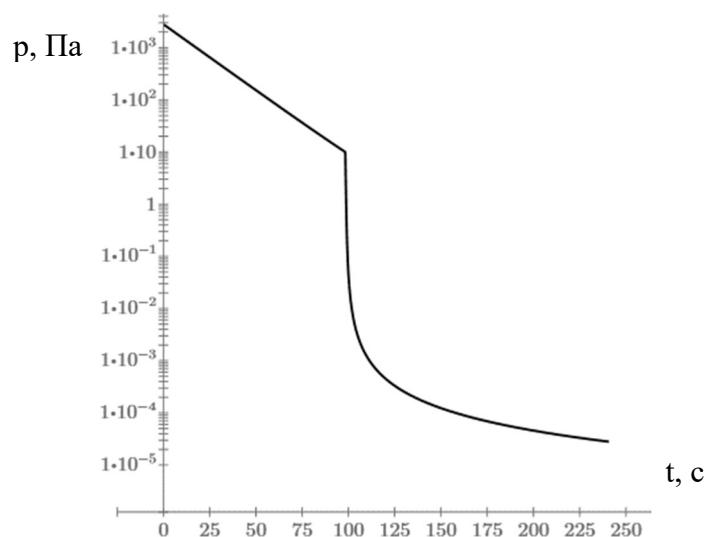


Рисунок 2. Изменение давления паров воды при откачке шлюзовой камеры при комнатной температуре (прямая линия – форвакуумная откачка, изогнутая линия – высоковакуумная откачка).

Количество адсорбированных молекул воды на стенках рабочей камеры за время открытия затвора t можно рассчитать, используя следующие допущения [2]: 1) теплота адсорбции в первом слое сорбата постоянна, 2) теплота адсорбции во втором и последующих слоях равна теплоте конденсации, 3) вероятность конденсации на свободной поверхности одинакова для всех адсорбированных слоев.

Количество паров воды (степень покрытия) определяется дифференциальным уравнением

$$\frac{d\theta}{dt} + A\theta - B = 0, \quad (2)$$

где A и B – показатели интенсивности сорбционно-десорбционных процессов [2].

Решение уравнения (2) при начальных условиях $t = 0, \theta = \theta_0$ (θ_0 – степень покрытия при минимальном давлении в камере) имеет вид

$$\theta = \frac{b \cdot p}{1 + b \cdot p} (1 - e^{-A \cdot t}) + \theta_0 \cdot e^{-A \cdot t}. \quad (3)$$

При $t \rightarrow \infty$ равновесная степень покрытия: $\theta_\infty = \frac{a_\infty}{a_m}$, если $\theta_0 > \theta_\infty$, то во время установления адсорбционного равновесия происходит десорбция паров, при $\theta_0 < \theta_\infty$ - адсорбция.

Здесь:

$$A = \frac{1}{\tau_a} + \frac{\gamma p}{a_m \cdot \sqrt{2\pi m_0 \cdot k \cdot T}} = 1.583 \cdot 10^3 \frac{1}{c};$$

$$b = \frac{\gamma \cdot \tau_a}{a_m \cdot \sqrt{2\pi \cdot m_0 \cdot k \cdot T}} = 0.278 \frac{1}{\text{Па}};$$

Принимаем $p = 10^{-5}$ Па – давление паров воды, $\gamma = 0.4$ - вероятность конденсации молекулы на поверхности, $\tau_a = 100$ с [2] – время адсорбции паров воды при комнатной температуре, $\tau_0 = 1.6 \cdot 10^{-13} \frac{298}{T}$ [4], $k = 1.381 \cdot 10^{-23} \frac{\text{Дж}}{\text{К}}$ – постоянная Больцмана, $m_0 = 2.992 \cdot 10^{-22}$ кг – масса молекулы воды, $\theta_0 = 0.032$ – для давления 10^{-5} Па из уравнения Френдлиха.

Получим зависимость количества молекул воды на стенках рабочей камеры от длительности открытия затвора (Рис. 3), которая показывает, за какое время в камере достигается адсорбционное равновесие при перетекании газа из одной камеры в другую. Из рисунка 3 следует, что при давлении паров воды 10^{-3} Па адсорбционное равновесие в рабочей камере устанавливается приблизительно за 10 секунд. Это означает, что при более низких давлениях паров воды $10^{-5} - 10^{-3}$ Па можно не учитывать процесс перетекания паров воды из одной камеры в другую в расчётах времени откачки. Что и будет использовано далее в расчётах.

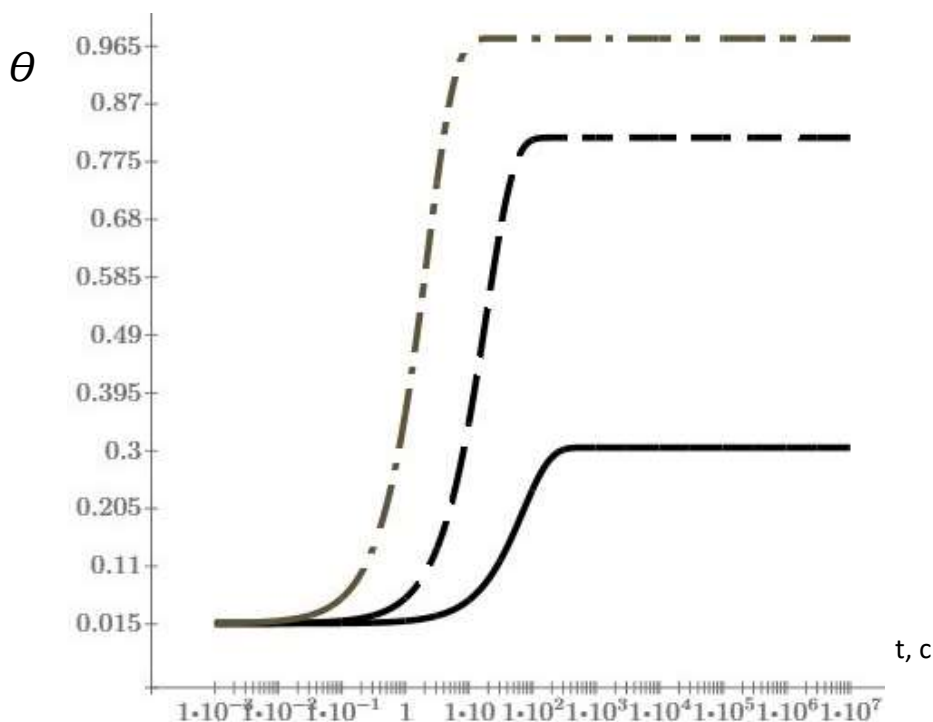


Рисунок 3. Степень покрытия парами воды стенок рабочей камеры в зависимости от времени открытия затвора при начальном давлении паров воды в рабочей камере 10^{-6} Па: штрихпунктирная линия – при 10^{-3} Па в шлюзовой камере, пунктирная линия – при 10^{-4} Па, сплошная линия - при 10^{-5} Па.

После загрузки изделия из шлюзовой в рабочую камеру затвор между камерами закрывается, и рабочая камера, которая может быть предварительно прогрета, откачивается до давления, необходимого для проведения технологического процесса. Начальное давление в камере было принято равным 10^{-3} Па, что соответствует давлению в шлюзовой камере. Для упрощения расчета было сделано допущение, что $a_M = 0.116 \frac{\text{м}^3 \text{Па}}{\text{м}^2}$ и не зависит от температуры. Расчёты проводились по формуле (1), коэффициенты уравнения Френдлиха h и m были взяты для температур 398 К и 498 К из [2]. Результаты расчета времени откачки рабочей камеры в зависимости от температуры прогрева её стенок представлены на рисунке 4.

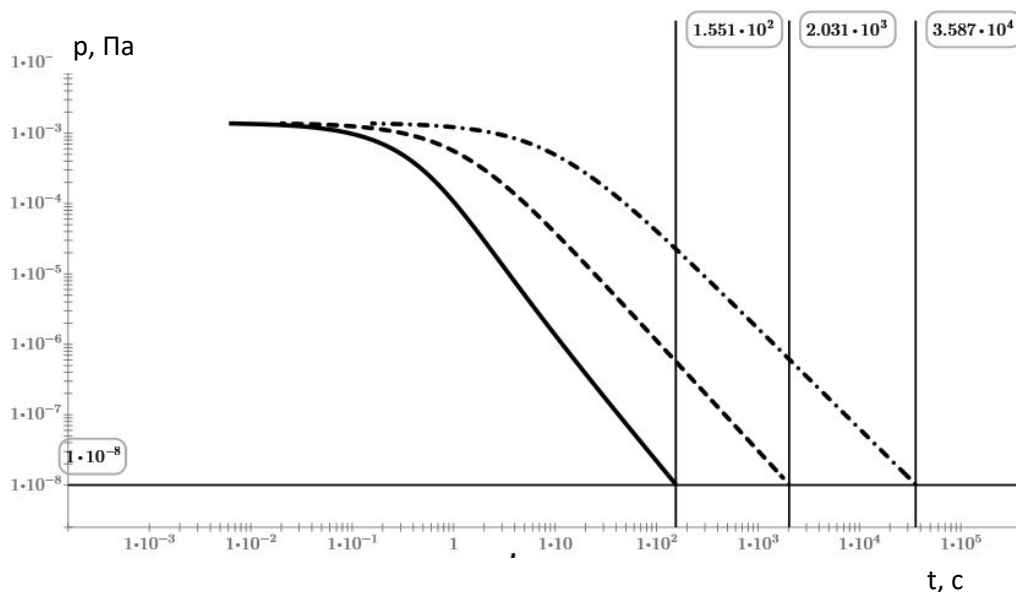


Рисунок 4. Время откачки t рабочей камеры до заданного давления p в зависимости от температуры прогрева T : штрихпунктирная кривая при $T = 298$ К, пунктирная – при $T = 398$ К, сплошная – при $T = 498$ К.

4. Заключение

Из расчетов, результаты которых приведены на рисунке 3, следует, что время откачки рабочей камеры от давления 10^{-3} Па до давления 10^{-8} Па составляет 35870 секунд (почти 10 часов) без прогрева, 2031 секунд (почти 34 минуты) при прогреве до 398 К и 155 секунд при прогреве до 498 К. Имея ввиду, что при сверхвысоковакуумной откачке из камеры удаляются в основном пары воды, количество которых строго зависит от температуры прогрева стенок вакуумной камеры, становится очевидным, что для сокращения длительности сверхвысоковакуумной откачки приходится выбирать или высокотемпературный прогрев как рабочей, так и шлюзовой камеры, или сокращение времени соединения вакуумных объемов этих камер для перемещения подложек или других изделий из одной камеры в другую.

Расчеты проводились с помощью программы MathCAD, что дало возможность оперативно получать и анализировать результаты моделирования режимов сверхвысоковакуумной откачки при проектировании современного вакуумного технологического оборудования шлюзового типа.

Список литературы

- [1] Dylla H. F., Manos D. M., LaMarche P. H. Correlation of outgassing of stainless steel and aluminum with various surface treatments // *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*. – 1993. – Т. 11. – №. 5. – С. 2623-2636.
- [2] Розанов Л. Н. Вакуумное технологическое оборудование: учеб. пособие // СПб.: Изд-во Политех. унта. – 2012.
- [3] Электронный ресурс. Давление насыщенного пара воды от 0°C до 374°C // <http://www.fptl.ru> URL: <http://www.fptl.ru/spravo4nik/davlenie-vodyanogo-para.html> (дата обращения: 17.05.2023).
- [4] Rozanov L. N. Distribution functions of adsorption sites on the surface of stainless steel during water vapor adsorption // *Vacuum*. – 2018. – Т. 147. – С. 194-198.

Вакуумная техника в производстве и применении гиротронов

А П Фокин, А А Ананичев, М Д Проявин, А Н Куфтин, Е В Пияшова, С Ю Корнишин, Е А Солуянова, Е М Тай и М Ю Глявин

ФГБНУ «Федеральный исследовательский центр Институт прикладной физики им. А.В. Гапонова-Грехова Российской академии наук», 603950, г. Нижний Новгород, БОКС-120, ул. Ульянова, 46

E-mail: fokin@ipfran.ru

Аннотация. В докладе представлены различные аспекты вакуумной техники и технологий, используемых в работе с мощными источниками СВЧ излучения миллиметрового и субмиллиметрового диапазонов длин волн - гиротронами. Рассмотрены как требования к вакуумной технике при производстве данных электровакуумных приборов и трактов транспортировки СВЧ излучения, так и задачи, стоящие перед вакуумными системами для современных приложений, требующих применения гиросприборов.

1. Введение

Гиротроны – приборы вакуумной электроники, вариант мазера на циклотронном резонансе, являющиеся на данный момент самыми мощными и эффективными непрерывными источниками излучения в миллиметровом и субмиллиметровом диапазоне длин волн [1–3]. Принцип их действия основан на взаимодействии электронов, вращающихся в сильном магнитном поле с электромагнитным полем электродинамических систем, все характерные размеры которых значительно превышают длину волны. При этом в гиротронах обеспечивается эффективная электронная и электродинамическая селекция мод, позволяющая реализовать режим мощной одномодовой генерации с высоким КПД. Благодаря гиросприборам стали возможны электронно-циклотронный нагрев плазмы в установках управляемого термоядерного синтеза (УТС), создание перспективных радиолокационных систем, высокотемпературная микроволновая обработка материалов, спектроскопия и диагностика различных сред и др.

При этом, использование электронных пучков с токами от долей Ампера до десятков А, напряжения от 15 до 100 кВ и результирующая высокая мощность излучения (вплоть до мегаватта) определяют достаточно высокие требования как конструкции приборов, используемым материалам, так и к качеству вакуума в процессе работы. В работе рассмотрены вакуумная техника, камеры и оборудование, используемое при разработке, изготовлении и исследовании гиротронов в Институте Прикладной Физики РАН и ЗАО НПП Гиком, а также запросы и требования к вакууму, предъявляемые различными приложениями гиротронов средней и большой мощности.

2. Вакуумная техника в производстве и исследовании гиротронов

Так как для надежной работы с высоким напряжением, сильноточными электронными пучками и высокой мощностью СВЧ излучения требуются условия высокого вакуума (давления порядка 10^{-6} Па), в производстве гиротронов активно используются вакуумные электропечи для обезгаживающего отжига материалов, вжигания покрытий и пайки узлов в вакууме при температурах до 2000 °С и давлениях до 10^{-3} Па. Важным применением таких печей является пайка в водороде металлокерамических узлов, таких как высоковольтные изоляторы и выходные окна гиротронов (из нитрида бора или алмаза). Наиболее объемным и технологически важным

является процесс обезгаживания и откачки изготовленного гиротрона при общем нагреве и подаче напряжения на подогреватель катода внутри герметизированной камеры нагрева. Технологическая камера должна вмещать собранный гиротрон длиной до 2.5 м и обеспечивать вакуум в изделии не хуже 10^{-6} Па при возможности прогрева до 500 °С.

Отдельной задачей в разработке и производстве гиротронов является создание катодных узлов гиротронов, в особенности эмиссионных покрытий высокотемпературных катодов на основе гексаборида лантана LaB_6 и низкотемпературных алюминидных катодов. Спекание данных покрытий производится в вакуумных печах, для некоторых типов покрытий в водородной атмосфере. Важным также является последующее определение накаливых характеристик подогревателей катодов и температурных условий работы катодных узлов методом пирометрирования.

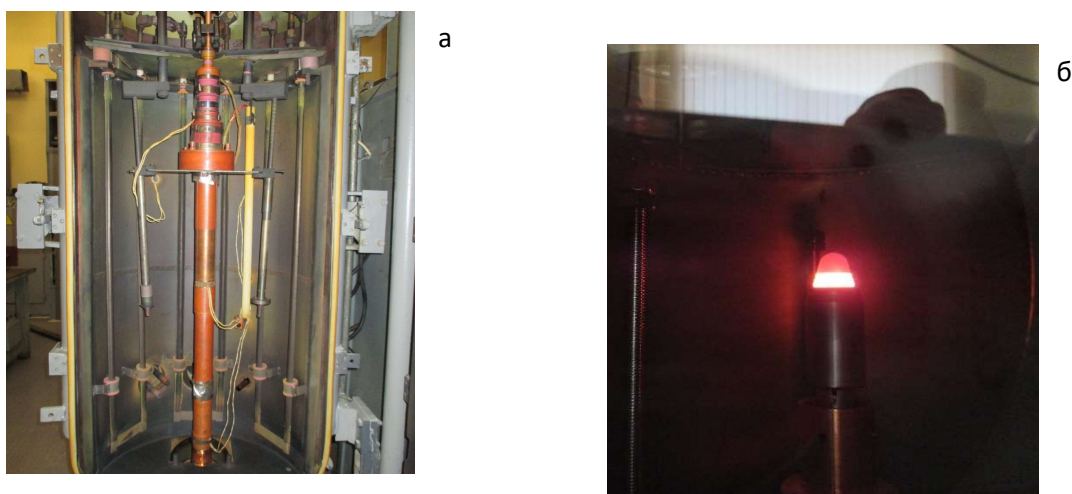


Рисунок 1. Унифицированный откачной пост серии «В-1» с установленным технологическим гиротроном 28 ГГц / 10 КВт для откачки при общем нагреве (а) и стенд для пирометрирования катодов с катодом этого гиротрона (б).

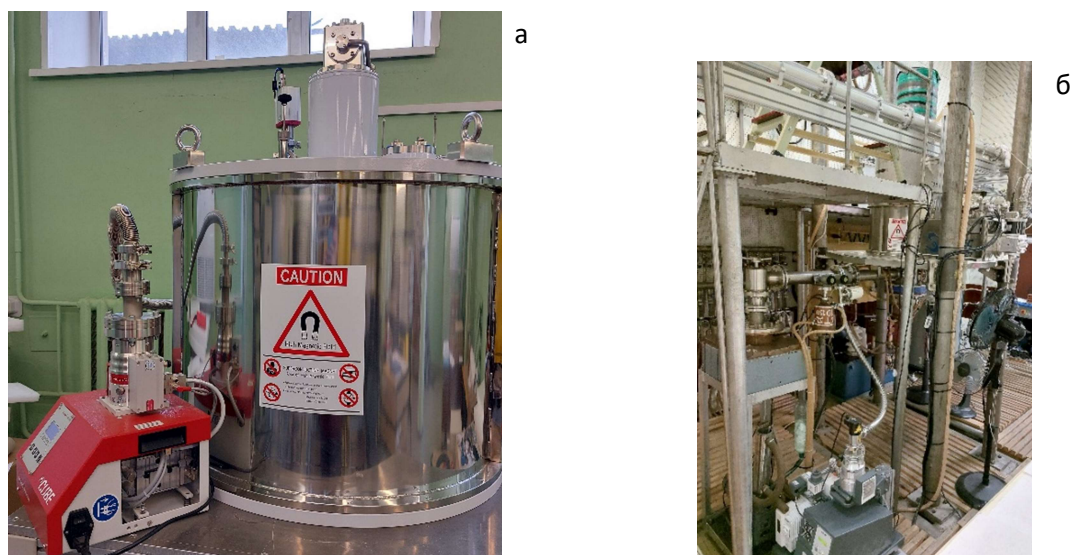


Рисунок 2. Криомагнит Jastec JMTD 15T52 с системой откачки криостата (а) и разборный импульсный 170 ГГц / 2 МВт гиротрон с системой откачки (б).

При исследовании гиротронов вакуумные системы применяются при эксплуатации сверхпроводящих криомагнитов для откачки криостатов, для поддержания вакуума в отпаянных

лампах (встроенные магнитные электроразрядные насосы, работающие в поле основного соленоида гиротрона) и, конечно, в разборных моделях гиротронов для поддержания вакуума не хуже 10^{-5} Па во внутреннем объеме лампы в процессе ее работы. Для этого традиционно применяются многоступенчатые системы, включающие форвакуумный, турбомолекулярный и магниторазрядный насосы. При работе с лампами большого объема и мощности также применяются и титановые сублимационные насосы (рисунок 2б). Такие системы позволяют защитить гиротрон от высоковольтных пробоев, провести кондиционирование новых ламп при помощи штатной откачки и поддерживать вакуум при длинных импульсах СВЧ, приводящих к нагреву элементов гиротрона.

3. Вакуумные системы для приложений гиротронов

Переходя к применению современных мощных гиротронов в первую очередь следует упомянуть нагрев плазмы в токамаках и стеллараторах [4]. Доставка излучения от гиротрона к потребителю обычно осуществляется при помощи гофрированных волноводов, внутри которых поддерживается вакуум не хуже 0,1 Па. Кроме этого, требуется учитывать воздействие импульсов излучения мегаваттной мощности, что исключает применение резиновых уплотнений в соединениях непосредственно облучаемых СВЧ. С учетом этих условий конструируются и различные элементы линий передачи: волноводные переключатели, поляризаторы, компенсаторы тепловых расширений и т.д. В качестве уплотнений традиционно применяются металлические уплотнения типа Helicoflex, а подвижность отдельных соединений обеспечивается сальфонами различных типов, фторопластовыми уплотнениями.

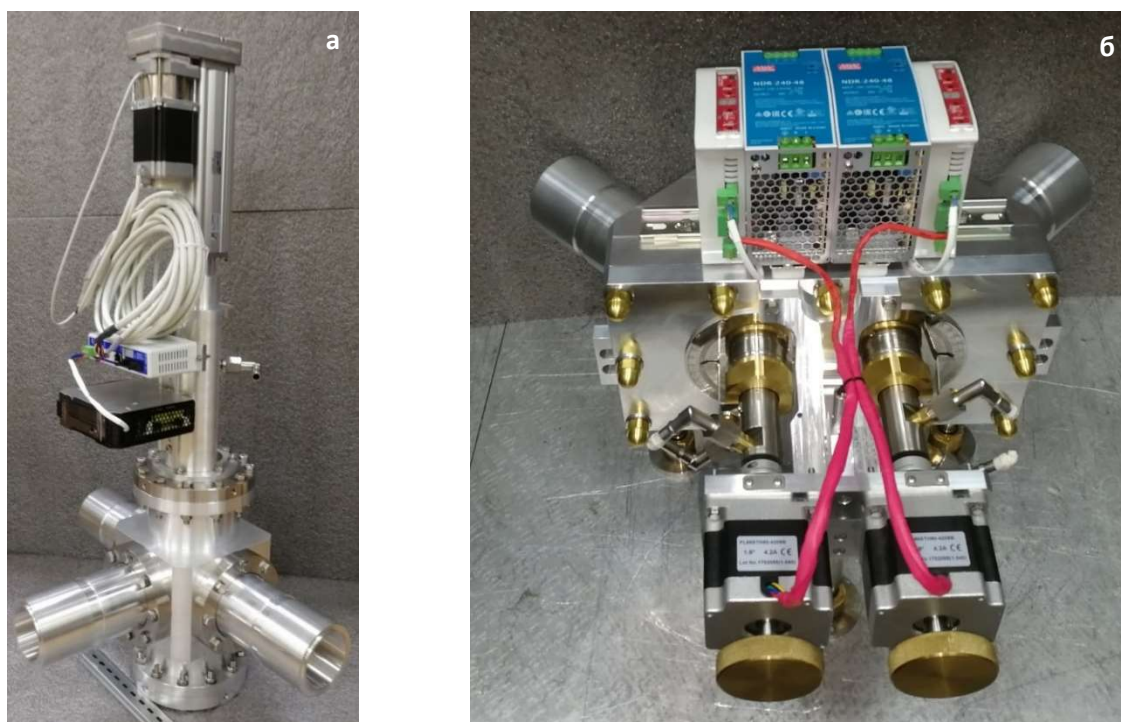


Рисунок 2. Криомагнит Jastec JMTD 15T52 с системой откачки криостата (а) и разборный импульсный 170 ГГц / 2 МВт гиротрон с системой откачки (б).

Дальнейшее применение излучения гиротронов также требует создания вакуумных объемов, служащих, например, резонаторами для обработки материалов [5,6], камерами для исследования свойств разрядов поддерживаемых микроволновым излучением [7] или спектроскопии [8]. Так для микроволновой обработки материалов необходима не только оптимизация формы вакуумного объема для обеспечения равномерного нагрева образцов, но и возможность

размещения различных датчиков, реакционная нейтральность материалов стенок, возможность автоматической загрузки и выгрузки образцов. Конструкция камер должна позволять работу как при различных степенях вакуума (до 10^{-4} – 10^{-5} Па), так и при повышенном давлении (до 2-3 атм.). Система откачки камеры должна не только обеспечивать надежную работу с разнообразными продуктами процессов, такими как органические соединения, нанопорошки и тп., но и позволять осуществлять отбор проб и измерения характеристик откачиваемых смесей.

Для приложений, связанных с газовым разрядом, требуется конструкция, допускающая установку зеркал с системами юстировки, различного вида окон, в том числе с быстрым доступом, систем напуска газа, поглотителей СВЧ-излучения. В ряде задач система откачки должна обеспечивать поддержание вакуума в камере при наличии постоянного потока газа, а также обеспечивать быструю замену рабочего газа без потери производительности.

4. Заключение

В докладе представлены оборудование и технологии, необходимые при конструировании, изготовлении и применении мощных источников микроволнового излучения – гиротронов. Представлены запросы и требования к различному вакуумному оборудованию, насосам и камерам. Описаны особенности систем, обусловленные работой с мощным СВЧ излучением.

Благодарности

Результаты, относящиеся к разработке мощных гиротронов с частотой 230-250 ГГц получены в рамках проекта № FFUF-2022-0007 ИПФ РАН (КП РТТН в области использования атомной энергии в РФ на период до 2024 года). Результаты, относящиеся к разработке 170ГГц/1МВт/СВ гиротрона получены в рамках работ по договору № 17706413348230000070/45-393 на НИОКР «Разработка, опытное изготовление и поставка 8 комплектов гиротронов с магнитами и вспомогательным оборудованием системы нагрева и поддержания тока плазмы ИТЭР».

Список литературы

- [1] Nusinovich GS, Thumm MKA, Petelin MI. The Gyrotron at 50: Historical Overview. *J Infrared, Millimeter, Terahertz Waves*. 2014 г.;35(4):325–81.
- [2] Litvak AG, Denisov GG, Glyavin MY. Russian Gyrotrons: Achievements and Trends. *IEEE J Microwaves*. 2021 г.;1(1):260–8.
- [3] Thumm MKA, Denisov GG, Sakamoto K, Tran MQ. High-power gyrotrons for electron cyclotron heating and current drive. *Nucl Fusion*. 2019 г.;59(7):073001.
- [4] Sabchevski S, Glyavin M, Mitsudo S, Tatematsu Y, Idehara T. Novel and Emerging Applications of the Gyrotrons Worldwide: Current Status and Prospects. *J Infrared, Millimeter, Terahertz Waves* 2021 427. 2021 г.;42(7):715–41.
- [5] Egorov S V., Ereemeev AG, Kholoptsev V V., Plotnikov I V., Rybakov KI, Sorokin AA. Implementation of rapid microwave sintering using a 24 GHz gyrotron system. *Rev Sci Instrum*. 2022 г.;93(6):064708.
- [6] Vakhin A V., Khelkhal MA, Tajik A, Ignashev NE, Krapivnitskaya TO, Peskov NY, и др. Microwave Radiation Impact on Heavy Oil Upgrading from Carbonate Deposits in the Presence of Nano-Sized Magnetite. *Processes*. 2021 г.;9(11):2021.
- [7] Sintsov SV, Vodopyanov AV, Viktorov ME, Morozkin M V., Yu. Glyavin M. Non-equilibrium Atmospheric-Pressure Plasma Torch Sustained in a Quasi-optical Beam of Subterahertz Radiation. *J Infrared, Millimeter, Terahertz Waves*. 2020 г.;41(6):711–27.
- [8] Golubiatnikov GY, Koshelev MA, Tsvetkov AI, Fokin AP, Glyavin MY, Tretyakov MY. Sub-Terahertz High-Sensitivity High-Resolution Molecular Spectroscopy With a Gyrotron. *IEEE Trans Terahertz Sci Technol*. 2020 г.;10(5):502–12.

Насосы сверхвысоковакуумные производства ООО «Катод»

Н Б Кислый, П Г Нечаев

ООО «Катод», 630047, Новосибирск, Россия

E-mail: katod1009@ngs.ru

Аннотация. В докладе приведены данные по диодным и триодным магниторазрядным насосам, насосам с распыляемым и нераспыляемым геттером, разработки и производства ООО «Катод».

1. Введение

Новосибирский завод ООО «Катод» ведущий в России производитель электронно-оптических преобразователей (ЭОП) второго и третьего поколений. При этом до 70% технологического оборудования, используемого на предприятии, разработано и изготовлено нашими сотрудниками. Это, как сложнейшее оборудование для изготовления и контроля ЭОП, так и простейшая оснастка. Так, например, установка для получения фотокатода и сборки ЭОП кроме 4-5 шлюзовых высоковакуумных имеет до 20 сверхвысоковакуумных камер, работающих при давлении до $5 \cdot 10^{-9}$ Па.

2. Диодные и триодные магниторазрядные насосы

Разработка диодных магниторазрядных насосов была вынужденной мерой, так как используемые нами ранее насосы НМД-0.4 и НМД-0.25 не устраивали нас по своим характеристикам, а именно предельному вакууму ($5 \cdot 10^{-8}$ Па). В основу разрабатываемых конструкций были положены секции отечественных насосов с присущим им размерами, а именно диаметр анода 16 мм, длина 20 мм, расстояние анод-катод 5 мм[1]. Магнитная система проектировалась в сотрудничестве со специалистами ИЯФ СО РАН, предложившими как оптимальную конструкцию магнитной системы - круглую, которую мы и стали использовать в своих насосах. Круглые диодные насосы серии НДМ-К и НДМ-КС со скоростями откачки от 0.1 до 0.8 м³/с, изготавливались, вначале, для собственных нужд, а потом и для сторонних заказчиков (рисунок 1).

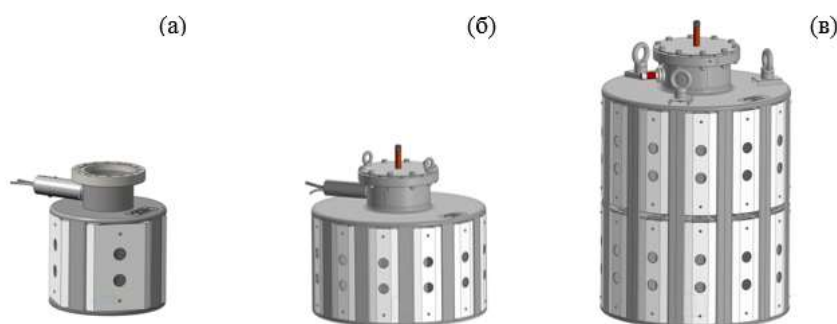


Рисунок 1. Насосы круглой формы: а – НДМ-К-0.1-CF-100, б – НДМ-К-0.4-CF150, в – НДМ-КС-0.7-CF150.

Для сторонних потребителей оказались востребованными насосы меньшей производительности и на базе ячейки насосов НМД мы спроектировали насосы на скорости откачки от 0.005 до 0.025 м³/с уже обычной прямоугольной формы (рисунок 2).



Рисунок 2. Насосы небольшой производительности: а – НМД-К-0.005-CF35, б – НМД-К-0.015-CF35, в – НМД-К-0.025-CF35.

Перечень выпускаемых нами насосов с анодом диаметром 16мм приведен в таблице 1. Серийный выпуск насосов осуществляется с 2018 года.

Таблица 1. Сводные характеристики диодных насосов с анодом 16мм.

Тип насоса	Du, мм	Габаритные размеры не более, мм				Масса, не более, кг
		Длина	Ширина	Диаметр	Высота	
НМД-К-0.005-CF35	35	86	102	-----	155	3.46
НМД-К-0.010-CF35	35	88	106	-----	155	3.55
НМД-К-0.025-CF35	35	165	85	-----	165	6.50
НМД-К-0.025-CF100	100	190	152	-----	200	8.50
НМД-К-0.050-CF100	100	250	152	-----	250	20.00
НМД-К-0.1-CF100	100	-----	-----	240	282	25.00
НМД-К-0.2-CF100	100	-----	-----	300	222	31.00
НМД-К-0.2-CF150	150	-----	-----	300	282	33.00
НМД-К-0.3-CF150	150	-----	-----	300	282	68.00
НМД-К-0.4-CF150	150	-----	-----	438	340	76.00
НМД-К-0.7-CF150	150	-----	-----	438	484	156.00
НМД-К-0.8-CF250	250	-----	-----	438	485	160.00

Разработка триодных магниторазрядных насосов была начата нами, по техническому заданию заказчика - ИЯФ СО РАН, для комплектации Сибирского кольцевого источника фотонов («СКИФ»). С этой целью были изготовлены и поставлены, в количестве 155 шт., триодные магниторазрядные насосы НМТ-К-0.020-CF40 и НМТ-К-0.040-CF40, со скоростями откачки 20 и 40 л/с. По требованию заказчика в конструкции триодных насосов были использованы аноды диаметром 20 мм и длиной 25 мм, аналогичные используемым в насосах Gamma Vacuum. Разработанные для них катоды и типовые ячейки показаны на рисунке 3.

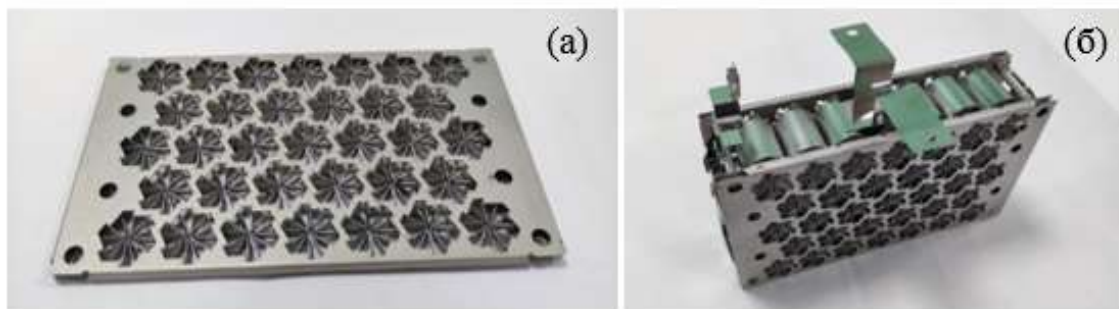


Рисунок 3. Рабочие части триодных насосов: а – катоды, б – ячейка насоса НМТ-К-0.040-СF40. На основе типовых ячеек были разработаны триодные насосы с различной скоростью откачки (рисунок 4).

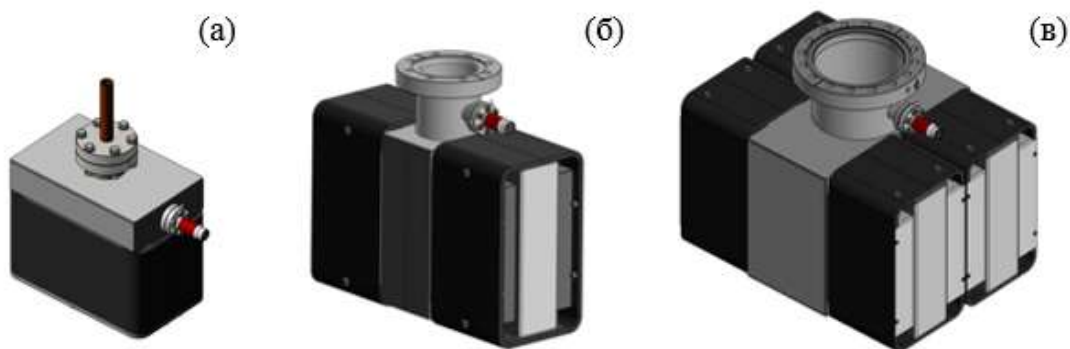


Рисунок 4. Триодные насосы: а – НМТ-К-0.040-СF40, б – НМТ-К- 0.1-СF63, в – НМТ-К-0.2-СF100.

Выпускаемые нами триодные насосы приведены в таблице 2.

Таблица 2.Сводные характеристики триодных насосов.

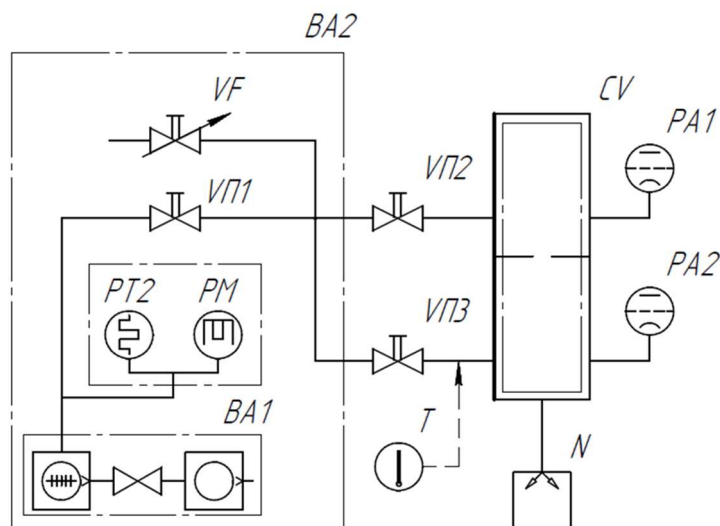
Тип насоса	Диаметр фланца, мм	Габаритные размеры не более, мм			Масса, не более, кг
		Длина	Ширина	Высота	
НМТ-К-0.02-СF40	35	204	120	190	9
НМТ-К-0.03-СF40	35	253	120	190	11.4
НМТ-К-0.04-СF63	63	253	120	195	12
НМТ-К-0.07-СF63	63	307	120	270	20
НМТ-К-0.15-СF100	100	470	470	277	40
НМТ-К-0.3-СF150	150	470	470	277	66
НМТ-К-0.6-СF200	150	470	470	497	110

Заменяя в них ячейки триодные на диодные, мы получили диодные насосы, с анодом диаметром 20мм, приведенные в таблице 3.

Таблица 3. Сводные характеристики диодных насосов с анодом 20мм.

Тип насоса	Диаметр фланца, мм	Габаритные размеры не более, мм			Масса, не более, кг
		Длина	Ширина	Высота	
НМД-К-А20-0.02-СF40	35	204	120	190	9
НМД-К-А20-0.03-СF40	35	253	120	190	11.4
НМД-К-А20-0.04-СF63	63	253	120	195	12
НМД-К-А20-0.15-СF100	100	470	470	277	40
НМД-К-А20-0.3-СF150	150	470	470	380	66
НМД-КС-А20-0.6-СF200	200	470	470	497	110

Для замера быстроты действия диодных и триодных насосов, методом двух манометров, нами была изготовлена установка (рисунок 5) с двумя рабочими прогреваемыми камерами со сменными диафрагмами для насосов с фланцами CF40, CF63, CF100 и CF150 соответствующая стандарту [2].

**Рисунок 5** – Установка для измерения быстроты действия высоковакуумных насосов.

СМ – Камера сверхвысоковакуумная; ВА1 – Пост откачной HiCube 80 Eco, DN 63; ВП1 – Вентиль с витоновым уплотнителем; ВП2,3-Вентильс уплотнением по меди; VF – Натекатель ручной; N – Насос магниторазрядный; PA1,2 – Датчик ионизационный AIGX-S-DN 40CF с контроллером TIC (3х канальный); PT2+PM – Датчик PKR 251; T – Термопара ХА.

Скорость откачки для диодных насосов измерялась по азоту, а триодных по азоту и аргону, для насыщенных и ненасыщенных насосов. Данные, полученные для триодных насосов, соответствовали насосам фирмы Gamma Vacuum. Диодные насосы с ячейкой 16 мм показали расчетные характеристики, но имели более сильное падение скорости откачки при давлениях 10^{-7} - 10^{-8} Па.

3. Насосы с распыляемым геттером

Магниторазрядные насосы имеют низкую скорость откачки при давлениях 10^{-8} - 10^{-9} Па, поэтому для дальнейшего улучшения вакуума мы использовали насосы с распыляемым геттером с криогенной ловушкой (рисунок 6).

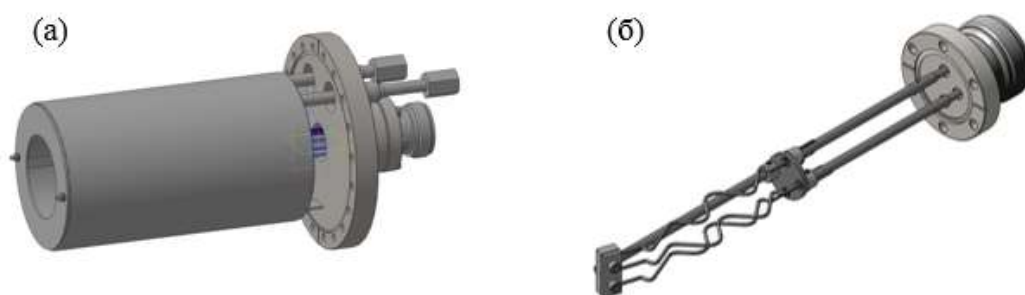


Рисунок 6. Насос с распыляемым геттером: а – в сборе с криогенной ловушкой, б – картридж.

Первоначально, спирали картриджа были, производства Agilent, но в связи с невозможности поставки, мы вынуждены были заменить их на отечественные, имеющие, к сожалению, меньший ресурс.

4. Насосы с нераспыляемым геттером

Для получения высокого вакуума в ускорительной технике используются насосы с нераспыляемым геттером фирмы SAESGetters [3]. Характеристики отечественных газопоглотителей из геттерного материала Ti-Zr-Al, фирмы АО «Полема» [4] были изучены в [5,6] сотрудниками ИЯФ СО РАН и по их техническому заданию, для проекта «СКИФ», нами были разработаны конструкции насосов на скорости откачки 300, 800 и 1300л\с по водороду (рисунок 7). Конструкции насосов оригинальны и защищены нашим патентом [7]. Для измерения быстроты откачки и сорбционной емкости насосов по водороду и монооксиду углерода нами разработан стенд [8].

Данные по нераспыляемым геттерным насосам производимым нами приведены в таблице 4.

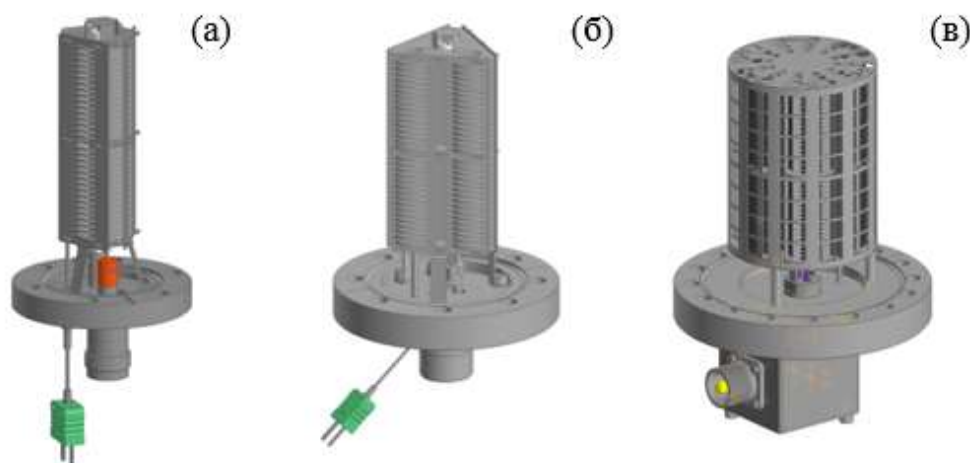


Рисунок 7. Насосы с нераспыляемым геттером: а – насос ННГ-К-0.3-CF35, б – ННГ-К-0.8-CF63, в – ННГ-К-1.3-CF100.

Таблица 4. Сводные характеристики насосов с нераспыляемым геттером.

Технические характеристики	Наименование насоса				
	ННГ-К-0,05-CF40	ННГ-К-0,15-CF40	ННГ-К-0,30-CF40	ННГ-К-0,80-CF63	ННГ-К-1,30-CF100
Наибольшая быстрота действия, по водороду, л/с	50	150	300	800	1300
Наибольшее рабочее давление, Па	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
Предельное остаточное давление, Па	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$
Присоединительный фланец	CF40	CF40	CF40	CF63	CF100
Максимальная температура регенерации, °С	500	500	500	500	500
Потребляемая мощность, Вт, не более	50	75	120	350	350
Напряжение питания, В	12	24	36	36(100)	100
Габаритные размеры, мм, высота диаметр	97,5 70	130 70	180,7 70	192,5 114	253,1 152
Масса, кг	0,36	0,42	0,48	1,62	3,89

5. Выводы

В рамках импортозамещения, в ООО «Катод» разработаны и изготавливаются диодные и триодные магниторазрядные насосы, а также насосы с распыляемым и нераспыляемым геттером по своим характеристикам не уступающие импортным аналогам.

Список литературы

- [1] О.К. Курбатов «Физико-технические основы создания оптимизированных высоковакуумных магниторазрядных насосов, герметизирующих элементов и устройств вакуумного технологического и аналитического оборудования электронной техники. Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук. - М.:2005.
- [2] ГОСТ32974.1-2016 (ISO 21360-162012) Стандартные методы измерения характеристик вакуумных насосов.-М.:Стандартинформ, 2017.
- [3] SAESGroupwww.saesgroup.com
- [4] <http://www.polema.net/gazopoglotiteli-Ti-Zr-Al.htm>
- [5] А.Н. Драничников, А.А. Краснов, А.М. Семенов, Прикладная физика. 2017. № 2. С. 73-77.
- [6] В.В.Анашин, А.А. Краснов, А.М. Семенов, Приборы и техника эксперимента, 2020, С 109-14.
- [7] П.Г. Нечаев. Патент РФ №2796177. «Насос газопоглотительный (варианты) ». Заявка от 08.07.2022, дата регистрации 17.05.2023.

- [8] ASTM F798-97 Standard Practice for Determining Gettering Rate, Sorption Capacity, and Gas Content of Nonevaporable Getters in the Molecular Flow Region.

Разработка манометрического преобразователя СК-ТС6 для работы в составе вакуумметров Мерادات-ВИТ

А С Агеев, Д А Воронов

ООО НПП «Системы контроля», 614031, Пермь, Россия

E-mail: voronov-termodat@mail.ru

Аннотация: проведена разработка и запущено производство теплового манометрического преобразователя СК-ТС6, работающего в составе вакуумметра Мерادات-ВИТ. Представлен принцип работы преобразователя и полученные результаты.

1. Введение

Вакуумметры – неотъемлемая часть любой вакуумной системы. В промышленности наибольшим спросом пользуются тепловые вакуумметры [1]. Их принцип действия основан на зависимости теплопередачи через разреженный газ от давления [2]. Такие приборы обычно работают в диапазоне давлений от 10^{-1} до 10^5 Па.

На предприятии ООО «НПП «Системы контроля» с 2005 года выпускаются тепловые вакуумметры. В настоящее время приборы изготавливаются под торговой маркой «Мерادات-ВИТ».

Вакуумметр «Мерادات-ВИТ» состоит из двух основных частей: манометрического преобразователя и электронного блока управления (рисунок 1). Манометрический преобразователь присоединяется к вакуумной системе и предназначен для преобразования давления в электрический сигнал. Важно отметить, что манометрический преобразователь не содержит электронной части. Электронный блок вакуумметра полностью управляет манометрическим преобразователем и преобразует его электрический сигнал в значение давления [3].



Рисунок 1. Мерادات-ВИТ16Т5 с манометрическими преобразователями ПМИ-2 и ПМТ-6-3М-1.

До недавнего времени в вакуумметрах «Мерادات-ВИТ» в качестве тепловых манометрических преобразователей использовались преобразователи типа ПМТ-2, ПМТ-4М и ПМТ-6-3М-1 (ПМТ-

6-3). К сожалению, данные преобразователи уже давно сняты с производства и не выпускаются в настоящее время. Поэтому вопрос разработки современного теплового манометрического преобразователя стоял очень остро.

2. Основная часть

В 2023 году нам удалось запустить производство новых манометрических преобразователей СК-ТС6. Внешний вид преобразователя представлен на рисунке 2, а основные характеристики приведены в таблице 1.



Рисунок 2. Внешний вид вакуумметра Мерадат-ВИТ с датчиком СК-ТС6.

Таблица 1. Основные характеристики преобразователя СК-ТС6.

Диапазон измерения	$1,3 \times 10^{-1} - 1,0 \times 10^5$ Па ($1,0 \times 10^{-3} - 750$ мм рт.ст.)
Относительная погрешность	
в диапазоне давлений от $1,33$ до 1×10^4	$\pm 30\%$
в остальном диапазоне измерений	$\pm 50\%$
Присоединение к вакуумной системе	Фланец KF-25
Габаритные размеры	Не более $45 \times 45 \times 65$ мм
Диапазон рабочих температур	$10 - 40$ °C

Преобразователь СК-ТС6 является терморезистивным. Основным чувствительным элементом СК-ТС6 - это тонкая никелевая проволока длиной около 30 мм.

Принцип работы электронного блока вакуумметра Мерадат-ВИТ с преобразователем СК-ТС6 заключается в следующем: Никелевая нить преобразователя СК-ТС6 разогревается до определенной заданной температуры посредством пропускания через нее электрического тока. При изменении давления в вакуумной системе изменяется теплопроводность газа. А значит, при этом будет изменяться температура нити СК-ТС6. Температура будет увеличиваться при уменьшении давления и наоборот уменьшаться при увеличении давления. Прибор Мерадат-ВИТ регистрирует это изменение температуры нити и возвращает ее к первоначальному значению, изменяя ток, подаваемый на нить. Значение давления определяется по градуировочной характеристике: зависимости давления от значения силы тока, подаваемой на нить преобразователя СК-ТС6.

Важно отметить, что т.к. СК-ТС6 является тепловым преобразователем, то изменение температуры корпуса датчика может влиять на результаты измерения давления. Поэтому помимо нити накала в преобразователе предусмотрено наличие датчика температуры. Это позволяет учесть изменение температуры корпуса СК-ТС6 при измерении давления.

3. Результаты

В ходе разработки преобразователя СК-ТС6 неоднократно проводилась проверка результатов измерения давления данного преобразователя в составе с вакуумметром Мерادات-ВИТ на эталонной вакуумной установке 2-го разряда УВЭ-СК-1. Данная установка внесена в реестр средств измерения под номером №85479-22.

В диапазоне измерения преобразователя СК-ТС6 ($1,3 \times 10^{-1}$ - $1,0 \times 10^5$ Па или $1,0 \times 10^{-3}$ - 750 мм рт. ст.) допускаемая относительная погрешность измерения давления установки УВЭ-СК-1 составляет не более $\pm 5\%$. Один из типовых результатов проверки представлен в таблице 2.

Таблица 2. Результаты проверки преобразователя СК-ТС6 в составе вакуумметра Мерادات-ВИТ16Т6 на эталонной установке вакуумметрической 2 разряда УВЭ-СК-1.

Давление в камере по эталону УВЭ-СК-1, Па	Показания СК-ТС6 в составе с ВИТ16Т6, Па	Относительная погрешность, %
2,04E-01	2,20E-01	7,8
5,06E-01	4,80E-01	-5,1
8,02E-01	8,00E-01	-0,2
2,02E+00	2,00E+00	-1,0
5,01E+00	5,10E+00	1,8
8,01E+00	8,10E+00	1,1
2,00E+01	2,00E+01	0,0
5,09E+01	5,10E+01	0,2
8,07E+01	8,20E+01	1,6
2,01E+02	2,17E+02	8,0
5,05E+02	5,05E+02	0,0
8,03E+02	7,61E+02	-5,2
2,00E+03	2,30E+03	15,0
5,03E+03	5,60E+03	11,3
8,10E+03	9,20E+03	13,6
2,07E+04	2,20E+04	6,3
5,10E+04	5,40E+04	5,9
8,07E+04	8,60E+04	6,6
1,00E+05	1,00E+05	0,0

4. Выводы

В настоящее время в отечественной промышленности наблюдается дефицит современных средств измерения вакуума. Разработанный преобразователь СК-ТС6 и приборы Мерادات-ВИТ, решают задачу измерения давления в области форвакуума.

Результаты проверки СК-ТС6 с Мерادات-ВИТ16Т6 на эталонной установке УВЭ-СК-1 (таблица 2) подтверждают, что точность измерения абсолютного давления укладывается в заявленную погрешность (таблица 1) с хорошим запасом.

С точки зрения применения в условиях промышленности мы постарались сделать манометрический преобразователь надежным и удобным. Металлический корпус СК-ТС6 получился довольно компактным. К вакуумной системе преобразователь легко подключается через быстроразъемное соединение стандарта KF-25.

Также важно отметить, что у приборов Мерадат-ВИТ, кроме основной задачи измерения давления, есть ряд дополнительных функций, которые широко используются в современной промышленности. Так, например, вакуумметр может сохранять в архив данные о давлении во время технологического процесса или передавать их на другие устройства (ПК, промышленные контроллеры и пр.).

Учитывая все вышеописанное, надеемся, что данное СИ займет достойное место в современной отечественной промышленности.

Список литературы

- [1] Горобей В Н, Родинов И И и Чернышенко А А 2020 Испытания современных вакуумметров, датчиков вакуумных и установок вакуумметрических с целью утверждения типа за последние 5 лет *Труды 27-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА и ТЕХНОЛОГИИ - 2020»* (Спб. : Издательство СПбГЭТУ «ЛЭТИ») сс 28-32.
- [2] Кузьмин В В 1992 *Вакуумные измерения* (М.: Изд-во стандартов) с 30.
- [3] Руководство по эксплуатации Мерадат-ВИТ. Вакуумметр тепловой Мерадат-ВИТ16Т5 / Термодат. Официальный сайт. URL: <https://termodat.ru/filedownload.php?file=9615> (дата обращения: 24.05.2023).

Уточнение методики моделирования течения газа в проточной части турбомолекулярного вакуумного насоса с использованием модели рассеяния газа с твердой поверхностью Черчиньяни - Лампис

У С Гордеева¹

¹ МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва, Россия, 105005

E-mail: tests.ibmes@gmail.com

Аннотация. В данной статье проведено моделирование безразмерной быстроты действия турбомолекулярного вакуумного насоса для различных режимов течения с использованием двух моделей взаимодействия газа с поверхностью: модели Максвелла и модели Черчиньяни-Лампис. Были заданы значения коэффициента аккомодации по касательному импульсу и коэффициента аккомодации по нормальной энергии для аргона. Проведены вычислительные эксперименты для различных геометрических параметров проточной части турбомолекулярного вакуумного насоса (ТМН) и различных значений скорости вращения ротора. Оценено влияние моделей взаимодействия газа с поверхностью на картину течения газа в молекулярном и вязкостном режимах. Оценено влияние различных геометрических параметров ТМН, а также двух ядер рассеивания на безразмерную быстроту действия ТМН.

1. Введение

Турбомолекулярные вакуумные насосы нашли широкое применение в науке и промышленности. ТМН широко применяют для создания и поддержания вакуума в основных технологических процессах в химической, нефтехимической, пищевой, фармацевтической и др. областях [1,2,3]. Особую роль ТМН занимают в технологических процессах полупроводниковой промышленности. В особенности процессы нанесения тонких пленок проходят при достаточно глубоком вакууме.

Наиболее распространённые процессы осаждения тонких пленок и требуемое давление [4]:

1. осаждение термическим испарением, $p=10^{-4}-10^{-8}$ Па,
2. осаждение дуговым разрядом, $p=10^{-2}-10^{-5}$ Па,
3. ионное осаждение, $p=10^{-3}-10^{-5}$ Па.

Одним из требований технологического процесса является отсутствие загрязнений парами углеводородов, таким образом для обеспечения качественного протекания процесса в полупроводниковой промышленности необходимо использовать безмасляные средства откачки. Единственным подходящим решением является использование ТМН в комбинации с безмасляным форвакуумным насосом. ТМН играют ключевую роль в создании требуемого разрежения – удаление остаточных газов - для проведения технологического процесса напыления, а также в процессе удаления рабочего газа – инертного, химически активного газа, смеси газов. Одним из распространенных рабочих газов для полупроводниковой промышленности является аргон. В данной статье будет исследован процесс течения аргона в проточной части ТМН. Проведение точного математического моделирования основных процессов, протекающих в проточной части насоса при разработке новых образцов ТМН продиктовано необходимостью подбора геометрических параметров проточной части проектируемых насосов. Такой подбор может осуществляться как путем натуральных экспериментов, так и при помощи математического моделирования. Чем точнее моделирование,

тем меньше потребуются экспериментальных работ. Для сокращения затрат на прототипирование необходимо стремиться к максимальной точности моделирования процессов течения газа в проточной части, которые в свою очередь определяют характеристики насоса.

В настоящее время существуют два основных подхода к моделированию ТМН это аналитический и численный. Аналитический метод позволяет проводить моделирование в различных режимах течения газа, однако аналитическое описание процесса течения газа жестко привязано к геометрической конфигурации проточной части. Численные методы являются достаточно вычислительно требовательными, однако позволяют моделировать процесс течения газа для различных конфигураций проточной части с различными комбинациями начальных и граничных условий.

Существуют двумерные и трехмерные расчетные схемы проточной части ТМН. На выбор расчетной схемы оказывают влияние: расчетное время (доступные вычислительные ресурсы), время проектирования, обоснованная необходимая точность вычислений. Крайне важным аспектом моделирования является учет граничных условий взаимодействия газа с твердой поверхностью.

В настоящее время существуют различные модели рассеяния газа с твердой поверхностью. Можно выделить два основных подхода: модели Максвелла и Черчиньяни – Лампис (ЧЛ).

В настоящей статье модели Максвелла и Черчиньяни – Лампис были использованы как законы рассеяния газа поверхностью. Модель Максвелла наиболее часто употребляемая в практических расчетах модель. Согласно этой модели, доля ϵ молекул, падающих на поверхность, рассеивается диффузно, т. е. приходит в равновесие с поверхностью и затем испускается по закону косинуса, тогда, как остальная часть $(1-\epsilon)$ отражается от поверхности зеркально, не изменив величины скорости. Модель Черчиньяни – Лампис является более физически обоснованной. В частности, что в отличие от модели Максвелла применение модели Черчиньяни – Лампис позволяет корректно описывать процесс рассеяния газовых молекул поверхностью при течении разреженного газа при наличии двух коэффициентов аккомодации: α_n – коэффициент аккомодации той части кинетической энергии, которая соответствует движению по нормали к поверхности, α_t – коэффициент аккомодации тангенциального импульса [5].

Цель статьи провести моделирование быстроты действия ТМН на примере откачки благородного газа аргона с применением двух моделей рассеяния газа с твердой поверхностью.

Задачи исследования:

1. разработать расчетную схему моделирования;
2. провести виртуальный эксперимент по определению безразмерной быстроты действия насоса при помощи моделей рассеяния Максвелла и ЧЛ;
3. сопоставить картины течения газа в проточной части ТМН и основные характеристики насоса, полученные по результатам моделирования.

2.Методика моделирования

В исследовании рассмотрена упрощенная схема ТМН, состоящая из четырех рабочих колес: двух роторных и двух статорных. Частицы откачиваемого газа движутся от входного сечения в сторону нагнетания. Ротор движется с окружной скоростью U - величиной, равной наиболее вероятной скорости движения молекул газа, умноженной на множитель от 0.4 до 1.0. Данный множитель является параметром модели и изменяется в ходе вычислительного эксперимента для различных конфигураций насоса.

Для увеличения быстроты действия насоса величина скорости вращения ротора должна быть сравнима с наиболее вероятной скоростью молекул газа v_m . Стандартные значения U находятся в диапазоне от 0,5 до 2,0, эта величина ограничивается прочностью лопаток ротора и мощностью двигателя.

Расчетная схема моделирования представлена на рисунке 1.

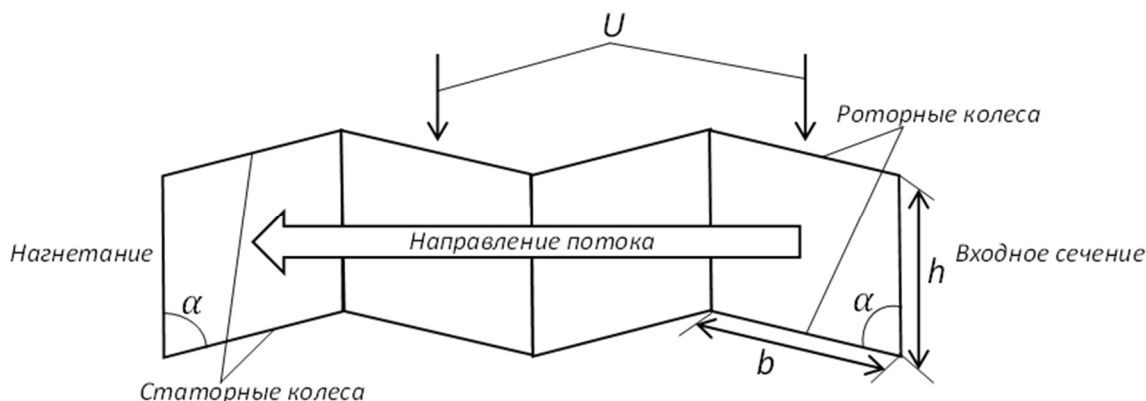


Рисунок 1. Расчетная схема моделирования.

В моделировании используются следующие допущения:

- при инициализации моделируемых молекул пространственное распределение молекул на стороне всасывания и нагнетания однородно;
- моделирование выполнено в двумерной постановке, т. е. высота межлопаточного канала считается бесконечной;
- молекулярные скорости подчиняются закону Максвелла;
- взаимодействие газа с поверхностью определяется либо законом Максвелла (диффузное рассеяние), либо законом ЧЛ.

Режим течения газа определяется параметром разрежения газа δ :

$$\delta = \frac{hp_f}{\mu v_m} \quad (1)$$

где μ — вязкость газа, h — высота межлопаточного канала, p_f — форвакуумное давление, v_m — наиболее вероятная скорость молекул газа.

Параметр разрежения δ обратно пропорционален числу Кнудсена, поскольку отношение $\frac{\mu v_m}{p_f}$ эквивалентно свободному пробегу молекул в форвакуумной камере. Таким образом, предел $\delta \ll 1$ соответствует свободномолекулярному режиму, а противоположный предел $\delta \gg 1$ соответствует вязкому течению.

Моделирование процесса течения газа проводилось методом Монте-Карло. Метод моделирования разработан в [6].

Безразмерная быстрота действия ТМН S_{max} определяется как быстрота действия при одинаковом давлении как на входе, так и на выходе насоса. Таким образом, количество молекул, генерируемых на каждом временном шаге на этих двух границах, одинаково.

3. Вычислительный эксперимент

Для вычислительного эксперимента были установлены следующие параметры моделирования:

- откачиваемый газ – аргон;
- $\alpha_t = 0.63$, $\alpha_n = 0.67$ [7];
- угол наклона лопаток $\alpha = 15 \dots 40^\circ$ шагом 5° ;
- безразмерная скорость вращения ротора, выраженная в доле от наиболее вероятной тепловой скорости молекул $U = 0.4 \dots 2$ с шагом 0.4;
- $\frac{b}{h} = 1$.

Моделирование было проведено в молекулярном и вязкостном режимах течения откачиваемого газа.

Безразмерный параметр разреженности газа $\delta = 0.001$ для молекулярного режима течения, $\delta = 100$ для вязкостного режима течения газа.

На рисунке 2 показаны картины течения, полученные по результатам моделирования в молекулярном режиме течения при $U = 1.2, \alpha = 40^\circ$ с применением ядер рассеяния ЧЛ (а) и Максвелла (б).

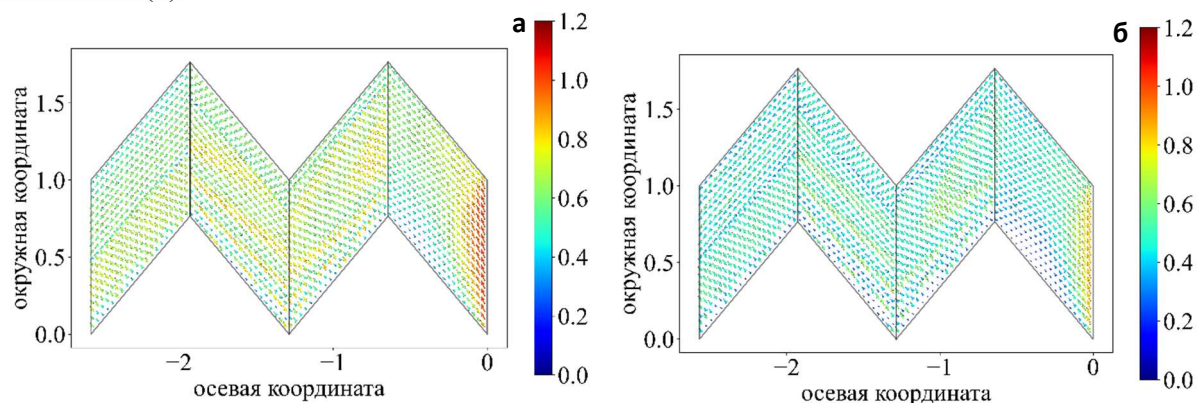


Рисунок 2. Картины течения, полученные по результатам моделирования в молекулярном режиме течения при $U = 1.2, \alpha = 40^\circ$ с применением ядер рассеяния Черчиньяни-Лимпис (а) и Максвелла (б).

На рисунке 3 показаны картины течения, полученные по результатам моделирования в вязкостном режиме течения при $U = 1.2, \alpha = 40^\circ$ с применением ядер рассеяния ЧЛ (а) и Максвелла (б).

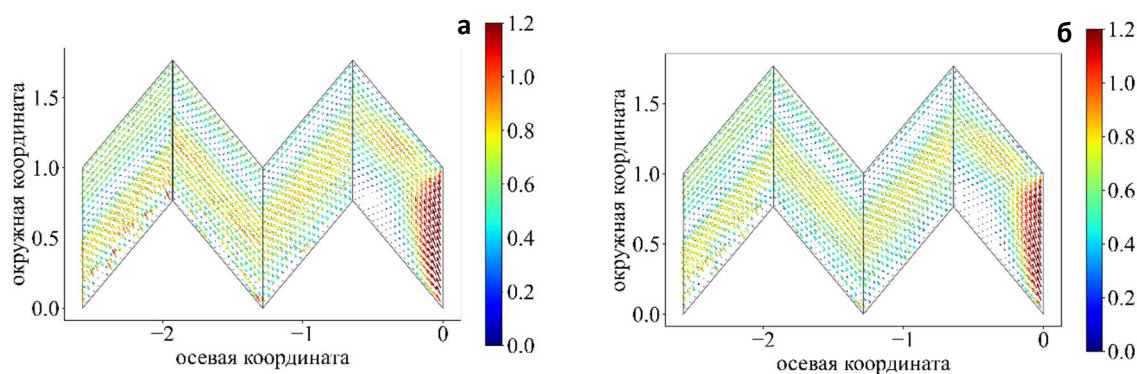


Рисунок 3. Картины течения, полученные по результатам моделирования в вязкостном режиме течения при $U = 1.2, \alpha = 40^\circ$ с применением ядер рассеяния Черчиньяни-Лимпис (а) и Максвелла (б).

Анализируя различные картины течения, полученные в результате моделирования, можно заключить, что в вязкостном режиме течения картина потока меняется незначительно независимо от применяемой модели взаимодействия газа с поверхностью. В молекулярном режиме течения разница более выражена, что является своего рода верификацией разработанной математической модели.

3. Результаты и обсуждения

На рисунке 4 представлены сопоставления результатов моделирования с использованием ядер рассеяния ЧЛ и Максвелла в молекулярном режиме течения газа.

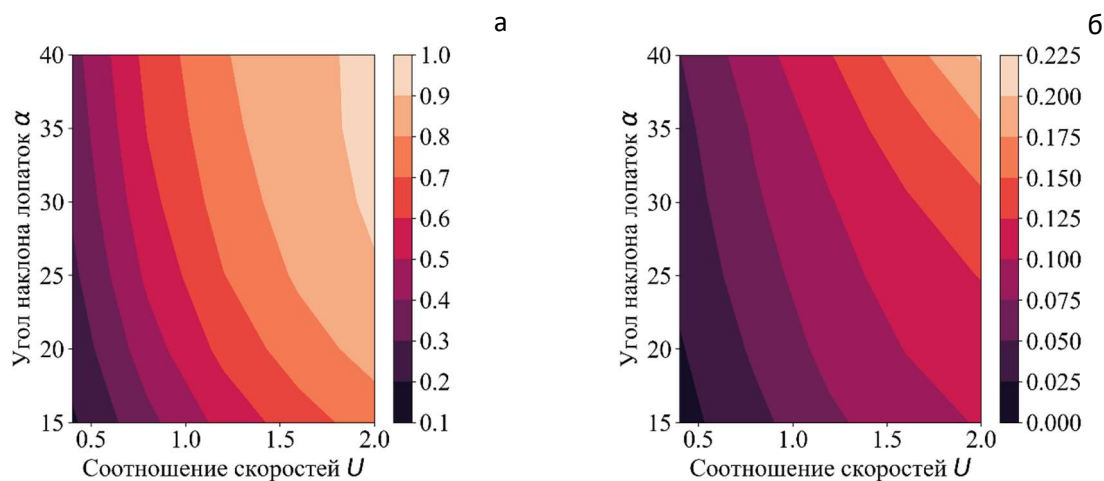


Рисунок 4. Результаты вычислительного эксперимента. Разница результатов моделирования с использованием ядер рассеяния Черчиньяни-Лампис и Максвелла (а) опорные абсолютные значения, полученные с использованием ядра рассеяния Максвелла (б).

При увеличении окружной скорости U и угла наклона лопаток α влияние модели ЧЛ в качестве модели взаимодействия газа с твердой поверхностью наиболее существенно.

На рисунке 5 представлены сопоставления результатов моделирования с использованием ядер рассеяния ЧЛ и Максвелл в вязкостном режиме течения газа.

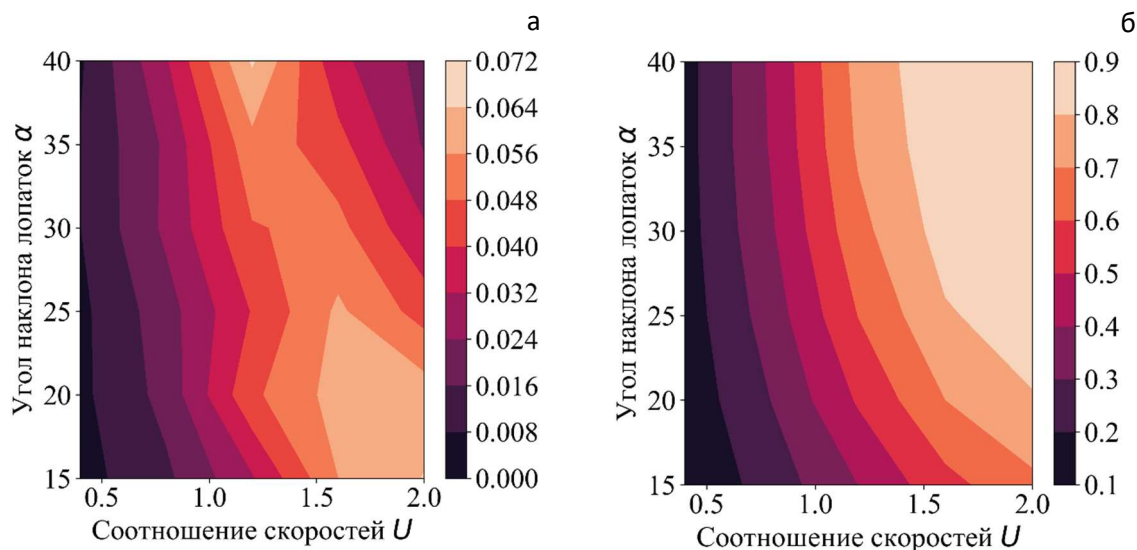


Рисунок 5. Результаты вычислительного эксперимента. Разница результатов моделирования с использованием ядер рассеяния Черчиньяни-Лампис и Максвелла (а) опорные абсолютные значения, полученные с использованием ядра рассеяния Максвелла (б).

В вязкостном режиме течения газа влияния граничных условий менее выражено чем в молекулярном режиме. Отсутствует ярко выраженная зависимость разницы результатов моделирования от основных параметров насоса: угла наклона лопаток и скорости вращения ротора.

5. Выводы

В данной статье проведено моделирование безразмерной быстроты действия турбомолекулярного вакуумного насоса для различных режимов течения газа с использованием

двух моделей взаимодействия газа с поверхностью: модели Максвелла и модели Черчиньяни-Лампис. В качестве откачиваемого газа был принят аргон. Разница между результатами моделирования с использованием двух моделей взаимодействия газа с поверхностью была оценена для различных геометрий насоса и скоростей вращения ротора насоса. Отличие модели Черчиньяни-Лампис от модели Максвелла определялось заданием значений коэффициентов аккомодации движения энергии по нормали к поверхности и аккомодации тангенциального импульса для аргона. Вычислительные эксперименты показали, что при увеличении скорости вращения ротора и увеличении угла наклона лопаток большее влияние оказывает применение ядра рассеивания Черчиньяни-Лампис при моделировании безразмерной быстроты действия насоса в молекулярном режиме течения газа. В вязкостном режиме течения газа влияния граничных условий менее выражено. Нет ярко выраженной зависимости разницы результатов моделирования от основных параметров насоса.

Список литературы

- [1] Demikhov, K.E., Pyzhov, I.I. 1977 *Chem Petrol Eng* **13**, 49–52.
- [2] Sawada T. 1973 *Bulletin of JSME* **16**, 993-1001.
- [3] Sharipov F. 2010 *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 28.
- [4] Панфилов Ю. В. 2007 *Технологии в электронной промышленности* **3** 76-80.
- [5] Сажин О. В. 2018 *Журнал вычислительной математики и математической физики* **10** 1694–1700.
- [6] Bird G. A. 1994 *Molecular gas dynamics and the direct simulation of gas flows*. Oxford Engineering Science Series.
- [7] Missoni, T. Yamaguchi, H. Graur, I. Lorenzani, S. 2021 *Fluids*, **6**, 445.

Вакуумные технологии

О важности проведения подстуживания расплава при индукционной плавке и гомогенизации слитка под прокатку листов и лент из сплава 29НК-ВИ

П А Головкин

АО «Плутон», 105120, Россия, г. Москва, ул. Нижняя Сыромятническая, д.11.

E-mail: p.golovkin@pluton.msk.ru

Аннотация. На примере получения листов и лент из прецизионного сплава вакуумной плавки 29НК-ВИ, в статье обосновывается недопустимость отказа от проведения операций подстуживания расплава перед заливкой в изложницу вакуумной индукционной печи и от гомогенизирующего отжига получаемого слитка перед его прокаткой, поскольку это может привести к расслоениям в готовом материале.

1. Общие положения

Распространённым материалом для изготовления корпусных деталей электровакуумных устройств является прецизионный сплав 29НК-ВИ, химический состав которого прописан в ГОСТ 10994 [1] и приведён в таблице 1.

В настоящей статье рассматриваются причины появления расслоений в материале листов и лент из сплава 29НК-ВИ, и пути их недопущения. Требования к листам и лентам из этого сплава определяются ГОСТ 14080 и ГОСТ 14082 [2,3], и как показывает практика, не в полной мере отвечают тем, что необходимы для изготовления вакуумно-плотных деталей электровакуумных приборов [4]. Например, если в ГОСТ 14080 [2] и ГОСТ 14082 [3] напрямую не указано, что листы и ленты должны быть получены из предварительно гомогенизированного перед прокаткой слитка, то производитель считает себя вправе отказаться от проведения такого отжига. Как следствие, материал может содержать не описанные в требованиях на поставку [2, 3] дефекты. Так, в них не указано на недопустимость в материале листов и лент трещин и расслоений, хотя для прутков такое требование есть [3]. В то же время, расслоения в предназначенном для изготовления деталей электровакуумных приборов материале совершенно недопустимы [4].

Таблица 1. Химический состав сплава 29НК-ВИ, % масс.

Железо	Никель	Кобальт	Углерод	Кремний	Марганец	Медь
Основа	29,5...30,5	17,0...18,0	≤ 0,03	≤ 0,28	≤ 0,4	≤ 0,2
Хром	Сера	Фосфор	Азот	Кислород	Водород	Σ примесей
≤ 0,1	≤ 0,015	≤ 0,015	≤ 0,01	≤ 0,008	≤ 0,001	≤ 1,0

2. Роль подстуживания расплава в получении качественного слитка

Особенностью плавки материалов в индукционных печах является нахождение их в магнитном поле, которого достаточно для их поднятия над дном тигля в виде каплевидного сгустка, вещество которого вращается сообразно направлению силовых линий, с одной стороны, и перемещается в высотном направлении, с другой [5]. При этом даже небольшое различие в магнитных свойствах составляющих веществ расплава определяет его химическую неоднородность, когда более магнитные перемещаются к центру сгустка, а менее магнитные – вытесняются к его краям [5]. На рисунке 1 приведены взятые из источника [6] графики температурных зависимостей обратной молярной парамагнитной восприимчивости железа, никеля

и кобальта. Эти зависимости, вплоть до температуры плавления, описываются законом Кюри – Вейсса [6], и показывают, что ОЦК- железо более восприимчиво к магнитным полям, чем никель, а тот, в свою очередь, более восприимчив, чем кобальт.

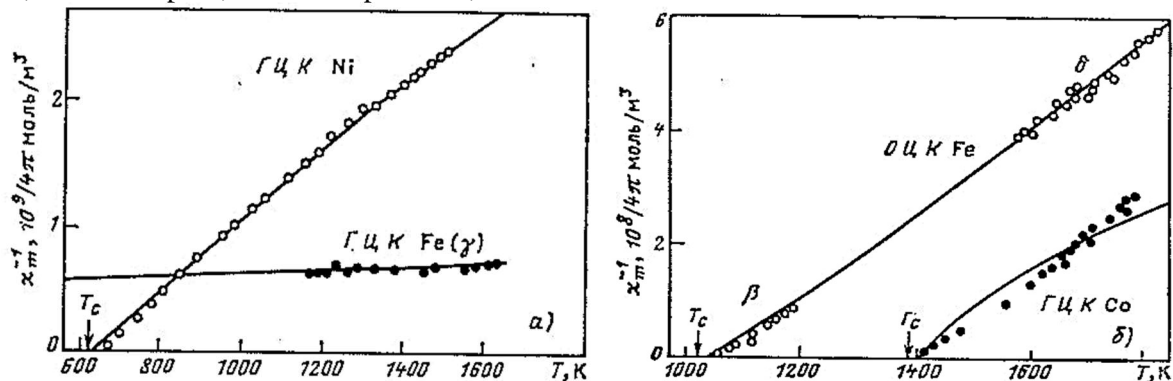


Рисунок 1. Температурные зависимости обратной молярной парамагнитной восприимчивости железа, никеля и кобальта.

В соответствии с теорией ближнего порядка, при плавлении структура микроскопических составляющих расплава сохраняет близкую к кристаллической структуру [7], а потому при перегреве относительно температуры плавления даже в несколько сотен градусов, магнитная восприимчивость ферромагнетиков при их плавлении изменяется слабо [7], и описывающий это изменение сдвиг Найта незначителен [8]. Так, для железа это изменение составляет всего около 2...3 % [9], и по сути, находится в пределах погрешности измерений [8].

Поэтому если индукционная печь не имеет электромагнитных устройств для перемешивания расплава и специальных конструкций тигля и индукторов [10], то равномерность его химического состава в каплевидном сгустке оставляет желать лучшего. В таком случае одним из шагов на пути выравнивания химического состава расплава может стать его подстуживание, производимое также для очищения его от формирующегося, при его раскислении и модифицировании, шлака [11]. Для подстуживания расплава задействованную мощность индукционных нагревателей понижают, и находящийся до этого в подвешенном состоянии сгусток расплава перемещается непосредственно в тигель. Магнитные силы, до этого вызывающие расслоение расплава, перестают действовать, и он может прийти к более равновесному состоянию за время, необходимое для уменьшения его температуры до определяемых сокращением предельной растворимости газов значений и выхода их в шлак на зеркале расплава.

Связанные вводимыми до этого раскислителями и модификаторами, включения под действием разности относительной плотности, всплывают на зеркало расплава в виде шлака. Без учёта конвекции расплава, этот процесс описывается формулой Стокса [12], и для включений радиусом около 1 мкм скорость их всплытия в стали составит около $(2...5) \cdot 10^{-7}$ м/с, чего с учётом теплового перемещения расплава в тигле и межфазных процессов на зеркале расплава, достаточно для его самоочищения в течение 6...7 минут. После того, как шлаковая корочка покрывает от половины до 2/3 зеркала расплава, индуктор печи включают на необходимую мощность.

Очищенный и модифицированный таким образом расплав после быстрого подогрева сливают в изложницу. Это значит, что подстуживание расплава служит сразу нескольким целям, среди которых наряду с его очищением находится повышение его химической однородности. Если же по каким-либо причинам не производить подстуживание, либо производить не полностью, это может пагубно отразиться на качестве получаемого материала. Одна из таких причин состоит в испарении составляющих расплава сообразно тому, как возрастает упругость этих веществ. Известно [13], что при 1600 °C упругость пара для ряда веществ возрастает в следующем порядке: W, Re, Ta, Hf-Nb, Mo, Zr, Ti, Co, Ni, Fe, Si, Cu, Cr, Sn, Ag, Al, Mn, Pb, Bi, Ca, Mg, Zn, Cd, As, S, P.

Увеличение глубины вакуума способствует повышению скорости испарения вещества расплава, поскольку она растёт с уменьшением противодействия газовой фазы, и очистка от примесей P, As, S,

Sn, Cu, Mn происходит тем полнее, чем правее в этом ряду указано вещество (очистки от фосфора не происходит) [13]. При этом происходит потеря до 5 % железа [12, 13], составляющей основу сплава 29НК-ВИ. Потеря никеля несколько меньше, а вот входящего в состав сплава кобальта в прямом смысле улетает в трубу до 30 % от вводимой массы. Данные по температурах плавления, и давлению насыщенных паров, при различных температурах, основных составляющих сплава, приведены в таблице 2 [6]. Это значит, что для плавки общей массой 100 кг потери железа, никеля, и кобальта, составят: $\approx 2,7$; $\approx 0,9$; и ≈ 5 кг соответственно. Еще ярче эти цифры выглядят, если перевести их в стоимостные показатели. Так, по состоянию на апрель 2023 года, цена продажи качественного армо-железа [14], никеля марки Н1у [15], и кобальта марки К1Ау [16] составляет не менее 500, 2300, и 5500 рублей за 1 кг.

Таблица 2. Температуры плавления и давление насыщенных паров веществ в сплаве 29НК-ВИ.

Вещество	Содержание в сплаве, % _{масс.}	Температура плавления, °С	Давление насыщенных паров при температуре, °С:	
			1500	1800
Железо + примеси	53	1539 (чистого), 1530 (с примесями)	$3,61 \times 10^{-2}$ мм.рт.ст.	6,13 мм.рт.ст.
Кобальт	17	1493 (чистого)	7,6 мм.рт.ст.*	н.д.
Никель	29	1453 (чистого)	7,43 мм.рт.ст.	585,3 мм.рт.ст.
Примечание: * - при температуре 1493 °С.				

То есть, безвозвратные стоимостные потери составят 1350, 2070, и 27500 рублей. Эти цифры полезно сопоставить с ценами металлического лома, которые по состоянию на апрель 2023 года, составляют чуть менее 20 рублей, до 1800, и до 2300 рублей за 1 кг, всего в сумме более 12000 рублей в расчёте на плавку с массой выхода 100 кг. Это значит, что у плавильщика велик соблазн подзаработать, всего лишь «забыв» провести подстуживание расплава. При этом не выведенный из расплава шлак дополнительно увеличит его вес, а кроме того, придётся меньше чистить тигель, сбивая и счищая с него стекловидную корочку шлака.

3. Некоторые причины расслоений материала листов и лент из сплава 29НК-ВИ

Но на этапе изготовления слитка возможности испортить материал конечных листов и лент не заканчиваются. Так, для сокращения времени и энергопотребления, производитель может отказаться не только от проковки слитка, но и от его гомогенизации, и раскатывать не отождённым. Тогда в прокатку поступает материал с высокой химической неоднородностью, доставшейся ему в наследство от того времени, когда он имел форму почти слоистого, из-за разницы магнитных свойств составляющих, каплевидного сгустка, удерживаемого на весу силами электромагнитной индукции.

Первое следствие этого – насыщенность материала получаемых листов и лент шлаковыми включениями, которые, ввиду своей контрастности по показателю электродного потенциала [6], проявляют себя на металлографических шлифах в виде растратов с зародышем в центре каждого из них. Такой материал не следует применять для деталей рабочей зоны электровакуумных приборов, поскольку он может содержать вредные примеси [13], даже если их малое количество не позволяет их выявить.

Вторым следствием становится появление в листах и лентах расслоений, недопустимых для предназначенных к применению в составе электровакуумных приборов материалов. Пример расслоений на фоне растравленных шлаковых включений в поперечных и продольных шлифах листов показан на рисунке 2, и на не протравленном шлифе – на рисунке 3. Хорошо видно, что расслоение не сплошное, а состоит из множества близко расположенных в материале пор.



Рисунок 2. Растравы и расслоения в поперечном (слева) и продольном (справа) шлифе, 100.[×]



Рисунок 3. Расслоение материала в поперечном шлифе листа, без травления, 100.[×]

Можно предположить, что расслоения являются следствием попадания в материал листов и лент части слитка с усадочной, либо центральной пористостью [17], поскольку таких пороков больше, и они ярче выражены в центральной части поперечного сечения листов и лент, и при этом часто не выявляются ближе к их краям. В этом случае, с учётом того, что прокатка проводится без предварительнойковки слитка, расслоения в материале располагались бы примерно посередине высотного сечения листа или ленты. Однако это не так, и расслоения располагаются произвольно. Это значит, что их появление в листах и лентах напрямую не связано с возможной пористостью исходного слитка, и имеет другие основные причины.

Рассмотрим такой показатель основных составляющих сплав 29НК-ВИ веществ, как их фактор самодиффузии и энергия активации самодиффузии. Диффузионные свойства основных составляющих сплава 29НК-ВИ приведены в таблице 3 [6].

Таблица 3. Диффузионные свойства основных составляющих сплава 29НК-ВИ.

Вещество	Температура, °С	Фактор самодиффузии $D_0, \times 10^{-5} \text{ см}^2/\text{с}$	Энергия активации самодиффузии Q , КДж/моль
γ -железо	1077...1227	1,1	284
Никель	1027...1427	1,9	285
Кобальт	777...1027	0,5	274
	1027...1327	0,2	260

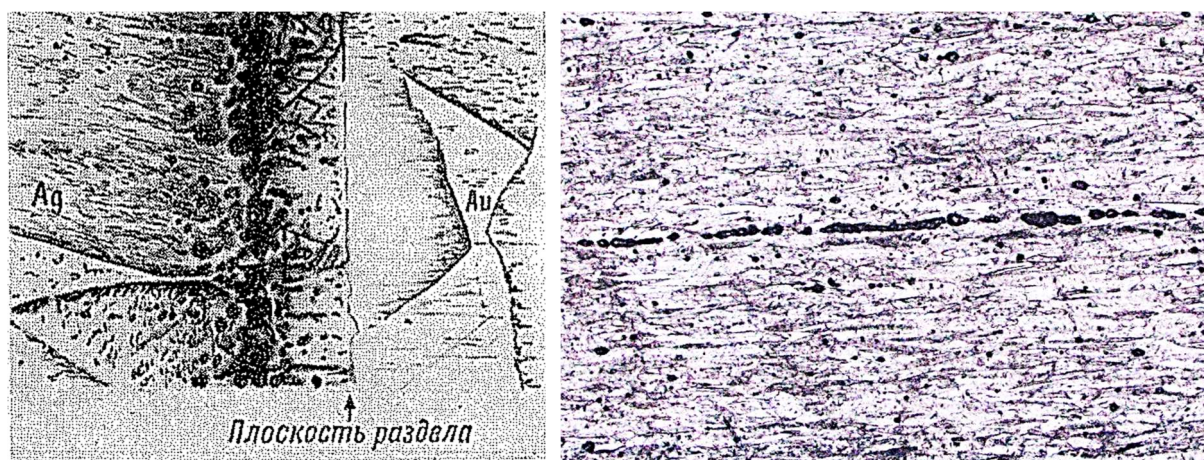


Рисунок 4. Состоящее из множества микропустот расслоение в продольном шлифе листа из сплава 29НК-ВИ (слева, 100 \times) и «область пор, сливающаяся в трещину» вблизи диффузионного соединения Ag-Au (справа, 50 \times , взято из [15]).

Из таблицы следует, что энергия активации процесса самодиффузии Q железа, никеля и кобальта в интервале температур горячей прокатки очень близки, а вот значения фактора самодиффузии D_0 , сильно разнятся, и самодиффузия кобальта в 4...9 раз ниже, чем у никеля; у железа этот показатель примерно вдвое ниже, чем у никеля. Это значит, что при указанных в таблице температурах проникновение железа в никель и кобальта в железо и особенно в никель будет преобладать.

Для сравнения: коэффициент диффузии серебра в золоте при температурах 450...900 $^{\circ}\text{K}$ составляет 0,072 $\text{см}^2/\text{с}$ при энергии активации 168 КДж/моль , в то время как обратные показатели 650...950 $^{\circ}\text{K}$ равны 0,26 $\text{см}^2/\text{с}$ и 191 КДж/моль [6]. То есть, серебро проникает в золото примерно в 3,6 раза быстрее, чем наоборот. На рисунке 4 приведена взятая из источника [18] фотография, показывающая последствия проникновения серебра в золото. Хорошо видно, что из-за того, что серебро перемещается в золото быстрее, чем само в себе, в его массиве образуются цепочки пор, складывающиеся в расслоение. Картина полностью повторяет расслоение в горячекатаном листе из сплава 29НК-ВИ. Это значит, что эти поры имеют не литейное, а диффузионное происхождение, и по сути образуют поверхность Матано, отражая значения взаимной диффузии веществ [19, 20].

Также следует указать, что как отмечал М.Е. Блантер [21], коэффициент диффузии резко повышается при приближении концентрации проникающего вещества к пределу его растворимости, а потому, стремление сплава к равновесному состоянию возрастает по мере приближения в конечных малых объемах его химического состава к определенному ГОСТ 10994 [1] соотношению.

При этом большее число и выраженность расслоений в центральной части поперечного сечения листов и лент объясняется тем, что при прокатке круглого слитка разовое обжатие за проход здесь больше, чем по его краям, и оттого больше деформационный разогрев и разность сжимающих и растягивающих напряжений вследствие явления опережения при прокатке [22]. Дополнительным фактором, усиливающим диффузионные явления при горячей прокатке заготовки, является магнитострикция в составляющих её материала [23].

В частности, изменение объёмных коэффициентов железа, и в особенности никеля, как следует из ГОСТ Р 8.992 [24], происходящие вблизи нижнего температурного предела горячей прокатки заготовок из сплава 29НК-ВИ, будут формировать в материале напряжения растяжения, и тем усиливать проникновение в него кобальта в соответствии с принципом Ле-Шателье [25]. При этом температура будет достаточна для активной диффузии веществ, но не достаточна для деформационной заварки складывающихся в расслоения образующихся диффузионных пор. В том числе этом кроется ключ к причине появления диффузионных дефектов в листах и лентах.

Всё это значит, что состоящие из множества близко расположенных пор расслоения в материале листов и лент из сплава 29НК-ВИ, становятся следствием последовательных нарушений необходимых технологических операций. Конечно, и при гомогенизации слитков в

следствие ликвации составляющих твёрдого раствора, в них могут образовываться микропустоты, однако при дальнейшей проковке слитка, не только уплотняющей, но и делающей металлический материал более однородным, в итоге могут быть получены листы и ленты с необходимыми свойствами.

4. Выводы

1. Одной из причин появления расслоений в горячекатаных листах и лентах из прецизионного сплава 29НК-ВИ, изготовленных не прошедших подстуживания исходного расплава и гомогенизации слитков, является диффузия неравномерно распределённого по материалу кобальта в никель, при горячей прокатке слитка. Превышение значений этого перемещения над самодиффузией никеля и кобальта вызывает в материале появление на условной поверхности Матано многочисленных пор, образующих расслоения. Расслоения в холоднокатаных листах и лентах наследуются ими от используемых горячекатаных заготовок.

2. Разница в магнитной восприимчивости железа, никеля и кобальта, при отсутствии в индукционной вакуумной печи специальных электромагнитных устройств, не обеспечивает равномерного перемешивания расплава, который представляет собой разнородное, по химическому составу почти разделённое на слои, образование.

3. Для уравнивания химического состава будущего слитка обязательно проведение подстуживания расплава, в процессе которого произойдёт не только его очищение от примесей, но и повышение однородности по химическому составу.

4. Для уменьшения химической неоднородности слитков необходимо обязательное проведение их гомогенизации, и желателно, проковки перед прокаткой, даже если не обработанные таким образом «сырые» слитки при ней не разрушаются. В противном случае неизбежно появление в готовых листах и лентах вызванных химической неоднородностью материала расслоений диффузионного происхождения.

Список литературы

- [1] ГОСТ 10994-74 Сплавы прецизионные. Марки / введён впервые с 01.01.1975 / –М.: Издательство стандартов, 1978. -17 с., изм.
- [2] ГОСТ 14080-78 Лента из прецизионных сплавов с заданным температурным коэффициентом линейного расширения. Технические условия / –М.: Издательство стандартов, 1978. -17 с., изм.
- [3] ГОСТ 14082-78 Прутки и листы из прецизионных сплавов с заданным температурным коэффициентом линейного расширения. Технические условия / –М.: Издательство стандартов, 1978. -7 с., изм.
- [4] Головкин П.А. / О дополнительных требованиях к структуре материала листов и лент из прецизионного сплава 29НК-ВИ для изготовления вакуумно-плотных деталей и узлов / Труды 29-й Всероссийской научн.-техн. конф. с межд.-ным. уч.-ем «Вакуумная техника и технологии – 2022», секция «Контроль герметичности», 21...23 июня 2022 г. / –С.-Пб.: ФГАОУВО «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)», 298 с., С. 166...170.
- [5] И.Л. Повх, А.Б. Капуста, Б.В. Чекин / Магнитная гидродинамика в металлургии /–М.: Металлургия, 1974. -240 с., ил.
- [6] Физические величины. Справочник / Коллектив авторов по ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова / –М.: Энергоатомиздат, 1991, -1231 с.; ил.
- [7] А.А. Кацнельсон / Ближний порядок в твёрдых растворах металлов / –М.: Соросовский образовательный журнал, № 11, 1999; С. 110...116.
- [8] Д.Р. Вилсон / Структура жидких металлов и сплавов / перевод с англ. / –М.: Металлургия, 1972. -247 с.
- [9] В.Н. Андронов, Б.В. Чекин, С.В. Нестеренко / Жидкие металлы и шлаки. Справочник / –М.: Металлургия, 1977. -128 с.

- [10] Л.Л. Тир, М.Я. Столов / Электромагнитные устройства для управления циркуляцией расплава в электропечах / –М.: Металлургия, 1975. -224 с.
- [11] Л.А. Мальцева, М.А. Гервасьев, А.Б. Кутын / Материаловедение: учебное пособие / – Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2007. -339 с.
- [12] В.А. Павлов, Е.Ю. Лозовая, А.А. Бабенко / Спецэлектрометаллургия сталей и сплавов: учебное пособие / –Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2018. -168 с.
- [13] А.С. Гладков, В.М. Амосов, Ч.В. Копецкий, А.М. Левин / Металлы и сплавы для электровакуумных приборов (серия «Электронное материаловедение») / под общей ред. А.И. Шокина / –М.: Энергия, 1969. -600 с., ил.
- [14] ГОСТ 11036-75 / Сталь сортовая электротехническая нелегированная. Технические условия / –М.: Издательство стандартов, 1976. -5 с., изм.
- [15] ГОСТ 249-2008 Никель первичный. Технические условия / введён впервые с 01.07.2009 / – М.: Стандартиформ, 2011. -11 с.
- [16] ГОСТ 123-2018 Кобальт. Технические условия / –М.: Стандартиформ, 2018. -11 с.
- [17] ГОСТ 10243-75 Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры / –М.: Издательство стандартов, 1976. -37 с.; прил.
- [18] В. Зайт / Диффузия в металлах. Процессы обмена мест / пер. с нем. под ред. Б.И. Болтакса / –М.: Издательство иностранной литературы, 1958. -382 с.
- [19] М.Л. Лобанов, М.А. Зорина / Методы определения коэффициентов диффузии: учебное пособие / –Екатеринбург: издательство Уральского университета, 2017. -100 с.
- [20] П. Шьюмон / Диффузия в твёрдых телах / перевод с англ. Б.С. Бокштейна / –М.: Металлургия, 1966. -196 с.
- [21] Криштал М.А. / Диффузионные процессы в железных сплавах / –М.: Metallurgizdat, 1963. -278 с.
- [22] А.В. Кожевников / Листовая прокатка в условиях нестационарного динамического нагружения. Эксплуатация и управление: монография / –Череповец: Череповецкий государственный университет, 2021. -306 с.
- [23] В. Карр / Магнитострикция / в сборнике: Магнитные свойства металлов и сплавов / Перевод с англ. Л.А. Шубиной под ред. С.В. Вонсовского / –М.: Издательство иностранной литературы, редакция литературы по физике, 1961. -448 с.
- [24] ГОСТ Р.8.992-2020 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные справочные данные. Армко железо. Никель. Температурный коэффициент линейного расширения и удельное электрическое сопротивление в диапазоне температур от 300 К до 1000 К / –М.: Стандартиформ, 2020. -16 с.
- [25] И. Пригожин, Р. Дефэй / Химическая термодинамика: пер. с англ. под ред. канд. хим. наук В. А. Михайлова / –Новосибирск: Наука. Сиб. отделение, 1966. - 509 с.

Кинетическая теория разлёта плазмы катодного факела

В Ю Кожевников, А В Козырев, А О Коковин, Н С Семенюк, В С Игумнов
Институт сильноточной электроники СО РАН, 634055, Томск, Россия

E-mail: Vasily.Y.Kozhevnikov@ieec.org

Abstract. В данной работе представлено теоретическое объяснение причин возникновения в вакуумных диодах явления аномального ускорения ионов. Объяснение даётся из первых принципов на основании уравнений бесстолкновительной физической кинетики. Предложенная теоретическая трактовка убедительно доказывает, что основным механизмом аномального ускорения ионов катодной плазмы является бесстолкновительное движение ионов в самосогласованном электрическом поле.

1. Введение

В течение последних шестидесяти лет в физике вакуумного разряда [1] одним из самых обсуждаемых вопросов, напрямую связанным со нестабильной стадией искрового вакуумного разряда, является эффект возникновения так называемого «аномального ускорения» ионов. Впервые он был обнаружен А.А. Плютто в плазменном диоде [2]. Суть его заключается в генерации коротких по длительности сгустков аномально ускоренных положительных ионов, движущихся от катода к аноду. Аномальность заключается в том, что глобальное распределение электрического потенциала в вакуумном диоде способствует ускорению электронной компоненты катодной плазмы, однако для ионов высокий анодный потенциал представляет собой потенциальный барьер. В последующих работах Плютто и соавторов [3, 4] были изучены детали эффекта и представлены различные гипотезы о его происхождении.

Средние скорости расширения плазмы в объеме составляют $1\text{-}5 \cdot 10^6$ см/с [5]. Это соответствует кинетической энергии ионов в диодах в диапазоне от десятков до сотен электрон-вольт. Наблюдаются потоки ионов с такими энергиями в вакуумных дугах, что подтверждается многочисленными экспериментами вакуумной и плазменной эмиссионной электроники [1]. Примечательно, что ионы переносят на анод до 12 % общего заряда [7].

С точки зрения теории эффект аномального ускорения ионов представляет серьёзную проблему, требующую адекватного количественного описания. В настоящее время теоретические гипотезы о происхождении анодо направленного потока ионов можно условно разделить на три группы – взрывные, столкновительные и электродинамические [5]. Исходя из многообразия гипотез данного явления предпочтение отдаётся моделям, использующим минимально возможное количество начальных предположений. Такой теорией расширения катодной плазмы является предложенная ранее «минимальная» кинетическая модель, основанная на решении системы уравнений Власова-Пуассона для планарного (одномерного) вакуумного промежутка, куда с помощью задания простых граничных условий моделируется поступление катодной плазмы при подаче рабочего анодного потенциала [8]. Данная модель позволила ответить на основной вопрос о том, почему происходит аномальное ускорение ионов, вычислить средние значения скоростей нетеплового расширения плазмы, а также, в случае рассмотрения многокомпонентной плазмы, содержащей ионы различной зарядности, показать, как двигаются компоненты плазмы, состоящие из двукратно и трёхкратно заряженных ионов.

В данной работе изложено дальнейшее развитие кинетической теории расширения катодной плазмы. Здесь основным улучшением является использованием 1.5-мерного кинетического описания, в котором уравнения Власова, записанные в цилиндрических координатах, включают одну пространственную координату r и две p_r и p_φ - радиальную и азимутальную компоненты

импульса соответственно. Данная постановка задачи позволяет учесть эффекты, привносимые вкладами центробежной и кориолисовой силы в динамику катодной плазмы вакуумного диода с пространственно-неоднородной конфигурацией электростатического поля в осесимметричном диоде.

2. Теоретическая модель вакуумного диода в фазовых координатах (r, p_r, p_φ)

Рассмотрим осесимметричный (коаксиальный) вакуумный диод с радиусами катода и анода – r_c и r_a , соответственно ($r_c < r_a$). Для простоты пренебрежём влиянием внешней цепи подключения, считая, что катод заземлён, а на анод в начальный момент времени $t = 0$ подаётся положительный потенциал $U(t)$ с амплитудой U_0 коротким фронтом не более ~ 0.1 нс. В начальный момент диод пуст, а эмиссия плазмы с катода моделируется заданием постоянного значения n_0 – концентрации квазинейтральной плазмы на поверхности катода (в точке $r = r_c$). Для начального рассмотрения, будем полагать, что катодная плазма состоит только из электронов n_e и однозарядных ионов n_i , что вполне допустимо для катодов из лития, углерода, сурьмы и некоторых других материалов [9].

Функции распределения электронной $f_e(r, p_r, p_\varphi)$ (ФРЭ) и ионной $f_i(r, p_r, p_\varphi)$ (ФРИ) компонентов плазмы, а также электрического поля $E_r(r)$ и электростатического потенциала $\varphi(r)$ в произвольный момент времени t определяются согласованным образом из решения системы уравнений Власова в отсутствие магнитного поля

$$\frac{\partial f_{e,i}}{\partial t} + \frac{1}{m_{e,i}r} \frac{\partial}{\partial r} (r p_r f_{e,i}) + \frac{\partial}{\partial p_r} \left[\left(Z_{e,i} q E_r + \frac{p_\varphi^2}{m_{e,i}r} \right) f_{e,i} \right] + \frac{\partial}{\partial p_\varphi} \left[\left(-\frac{p_r p_\varphi}{m_{e,i}r} \right) f_{e,i} \right] = 0, \quad (1)$$

и одномерного уравнения Пуассона

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial \varphi}{\partial r} \right) = \frac{q}{\varepsilon_0} (n_e - n_i), \quad E_r = -\frac{\partial \varphi}{\partial r}, \quad n_{e,i} = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f_{e,i} dp_r dp_\varphi, \quad (2)$$

где $Z_{e,i}$ – знак заряда частицы, q – модуль заряда электрона, $m_{e,i}$ – масса покоя электрона и иона соответственно, ε_0 – диэлектрическая постоянная вакуума, $n_{e,i}$ – концентрации электронов и ионов соответственно. Система уравнений (1)–(2) записана в цилиндрических координатах.

Для получения решения системы уравнений Власова-Пуассона (1)–(2) в задаче о вакуумном пробое можно использовать нулевые начальные $f_e = f_i = 0$ и постоянные граничные условия эмиссии плазмы с катода вида нормированных распределений Максвелла по импульсам

$$f_{e,i}(r = r_c, p_r, p_\varphi, t) = \frac{n_0}{2\pi m_{e,i} W_{e,i}} \exp\left(-\frac{p_r^2 + p_\varphi^2}{2m_{e,i} W_{e,i}}\right), \quad (3)$$

где $W_{e,i}$ – температуры электронов и ионов (в Дж), соответственно. Ниже, в расчётах, мы принимаем температуры электронов и ионов равны 5 эВ и 1 эВ, что соответствует типичным параметрам взрывоэмиссионной плазмы [1].

В отличие от одномерного кинетического уравнения в декартовых координатах, используемого в работе [8], уравнение (1) содержит слагаемые $\frac{p_\varphi^2}{m_{e,i}r} f_{e,i}$ и $\left(-\frac{p_r p_\varphi}{m_{e,i}r}\right) f_{e,i}$,

соответствующие вкладам центробежной и кориолисовой сил. Данные слагаемые возникают как следствие замены координат в уравнении Власова, записанного в форме закона сохранения. В общем случае, для рассмотрения одномерных осесимметричных задач, влиянием данных членов нельзя пренебрегать, оставляя только две независимые переменные (r, p_r) по аналогии с планарным случаем.

3. Численное решение уравнений Власова-Пуассона

Процедура численного решения системы нелинейных уравнений (1)–(2) существенно упрощается благодаря возможности выразить решение уравнения Пуассона в квадратурах

$$\varphi = \left[U(t) - \frac{q}{\varepsilon_0} \int_{r_c}^{r_a} \frac{1}{r''} \left\{ \int_{r_c}^{r''} r' (n_e - n_i) dr' \right\} dr'' \right] \frac{\ln r/r_c}{\ln r_a/r_c} + \frac{q}{\varepsilon_0} \int_{r_c}^r \frac{1}{r''} \left\{ \int_{r_c}^{r''} r' (n_e - n_i) dr' \right\} dr'', \quad (4)$$

$$E_r = - \left[U(t) - \frac{q}{\varepsilon_0} \int_{r_c}^{r_a} \frac{1}{r''} \left\{ \int_{r_c}^{r''} r' (n_e - n_i) dr' \right\} dr'' \right] \frac{1}{r \ln r_a / r_c} - \frac{q}{\varepsilon_0} \frac{1}{r} \left\{ \int_{r_c}^r r' (n_e - n_i) dr' \right\}.$$

Оставшиеся уравнения Власова для электронов и ионов (1) решаются численно на равномерной сетке в фазовом пространстве переменных (r, p_r, p_ϕ) методом расщепления уравнения на последовательность сдвигов по каждой из фазовых координат задачи. Для увеличения временного разрешения используется метод расщепления 6-го порядка точности по временному шагу [10], совмещённый с интерполяцией кубическими сплайнами по модифицированному алгоритму Акимы [11] для нахождения решений получаемых сдвиговых уравнений. В работе приводятся результаты расчётов в рамках данной модели с использованием разработанного параллельного кода на языке Си.

На рисунке 1 представлена временная динамика ФРЭ/ФРИ для начальной стадии вакуумного пробоя коаксиального диода ($r_c = 1$ мм, $r_a = 11$ мм, $U_0 = 2$ кВ) с катодом из углерода ($m_i = 12$ а.е.м.) при заданном граничном значении концентрации катодной плазмы на уровне $n_0 = 10^{21}$ м⁻³. Графики плотности ФРЭ/ФРИ приводятся в сечении $p_\phi = 0$, уровни яркости ФРЭ нормируются на максимум анодного значения, для ФРИ цветовая гамма ограничивается сверху абсолютным значением 10^{50} .

За начальный интервал времени менее 1 нс после подачи анодного напряжения происходит установление протекания электронного тока в вакуумном диоде, в результате чего электроны у анода приобретают средние энергии, равные значению анодного напряжения умноженного на заряд электрона. Как и в [12] важной особенностью начальной фазы рассматриваемого процесса является установление электронного токопротекания посредством релаксационных колебаний объёмного заряда. В остальном – на данном временном интервале диод ведёт себя в соответствии теорией Чайлда-Ленгмюра. Характерное значение плотности тока электронов на соответствует стационарному значению плотности тока по формуле Чайлда-Ленгмюра для осесимметричного диода.

После установления стационарного значения тока электронов начинается гораздо более медленный по сравнению с электронным перенос ионов к аноду. Электроны в приграничных областях плазменного сгустка более подвижны и термализованы, за счёт чего они смещаются в сторону анода, что приводит к формированию отрицательного объёмного заряда на периферии сгустка, а следовательно, и к появлению спадающего участка распределения электрического потенциала (области виртуального катода) в непосредственной близости катода. Как и в одномерном планарном диоде [8] данный участок формируется за доли наносекунды, ещё до того, как анодное напряжение достигает амплитудных значений. Наличие виртуального катода

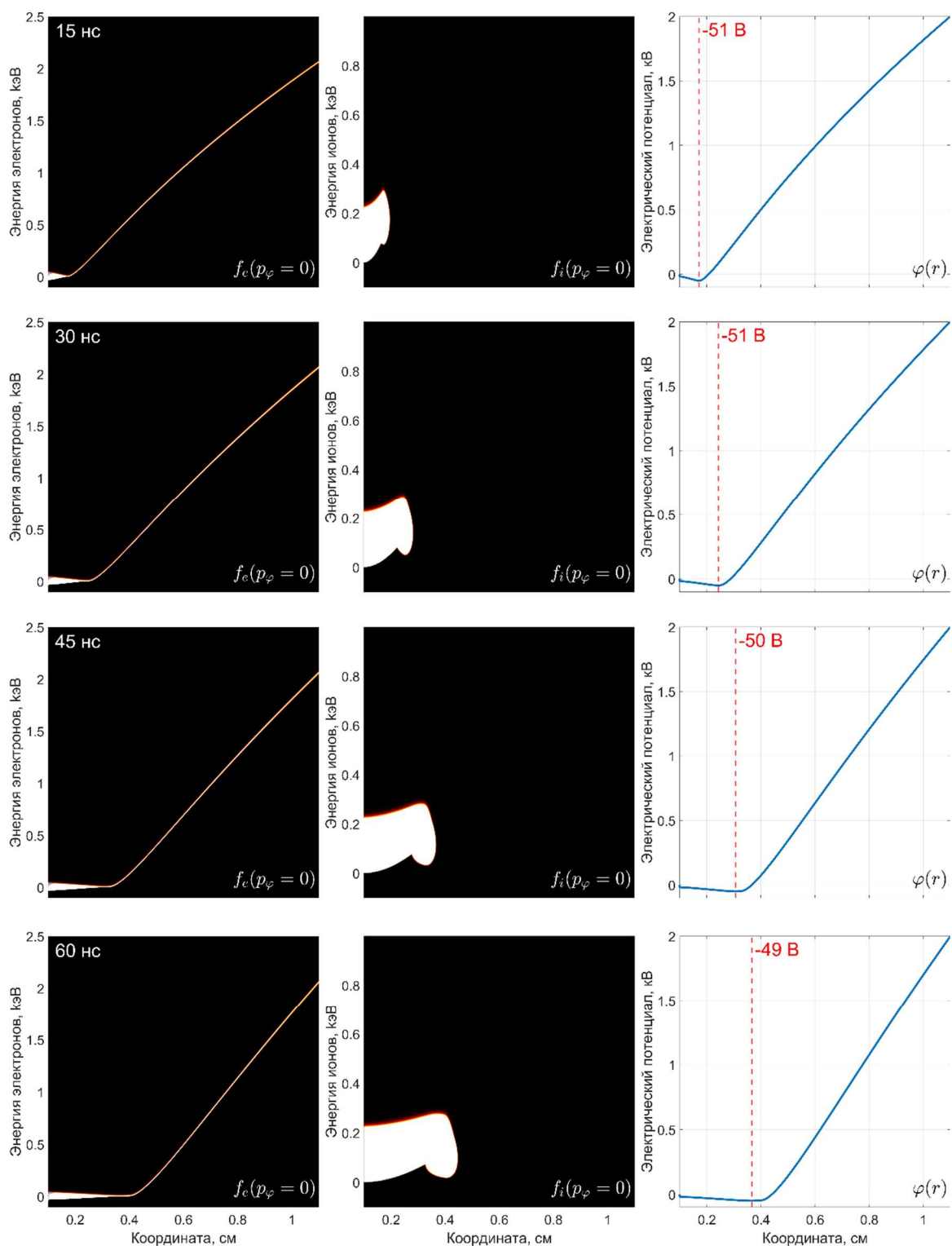


Рисунок 1. Графики плотности ФРЭ (левый столбец), ФРИ (центральный столбец) и пространственные распределения электрического потенциала (правый столбец) в моменты

времени $t = 15, 30, 45$ и 60 нс. Пунктирная красная линия указывает положение минимума электрического потенциала (значение потенциала указано красным шрифтом).

провоцирует смещение ионов к аноду и заполнение плазмой геометрической области, соответствующей характерной длине спада потенциала.

Благодаря поддерживаемому анодному потенциалу происходит дальнейшее смещение области отрицательного объёмного заряда на границе плазмы вправо за счёт переноса электронов, что, в свою очередь, приводит к последующему продвижению ионной компоненты плазмы в сторону анода. Движение периферии эмиссионной плазмы приводит к расширению энергетического спектра ионов до энергий свыше 400 эВ несмотря на то, что виртуальный катод имеет глубину ~ 100 В (ФРИ, рисунок 1). Такая ситуация возникает из-за того, что ионы находятся в области квазистационарного электрического потенциала, то есть испытывают непрерывное воздействие ускоряющей силы. Примечательно также, что наличие виртуального катода ведёт и к расширению электронного спектра вблизи катода (ФРЭ, рисунок 1).

4. Выводы и заключение

Расширенная (1.5-мерная) кинетическая теория подтверждает основные выводы, сделанные в моделировании стадии вакуумного пробоя в планарном одномерном случае [8]. Катодная плазма расширяется в вакуумный промежуток благодаря тому, что электрическое поле при подаче на промежуток рабочего напряжения согласованным образом приобретает форму бегущей волны. Создаваемые условия немонотонности распределения электрического потенциала приводят к тому, что у катода формируется подвижный виртуальный катод. Электрическое поле такой конфигурации способствует возникновению силы, ускоряющей ионы. Учёт геометрической неоднородности промежутка показывает, что в коаксиальном диоде по сравнению с планарным ионы имеют более широкий энергетический спектр. Следует заметить, что авторы работы не исключают возможности влияния также и вторичных факторов, таких как эффекты электрон-атомных столкновений ("электронный ветер") и градиентов давления металлического расплава в катодном пятне (эксплозивный механизм), на развитие пробоя вакуумных промежутков с геометрическими неоднородностями, однако основной механизм, несомненно, представляет собой совокупность электродинамических процессов, описываемых в рамках предложенной кинетической бесстолкновительной теории.

Благодарности

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 23-29-00239).

Список литературы

- [1] Месяц Г А 2011 *Взрывная электронная эмиссия* М.: Физматлит.
- [2] Плюто А А 1960 *ЖЭТФ* **39** (6) 1589-1592.
- [3] Короп Е Д, Плюто А А 1971 *ЖТФ* **41** (5) 1055-1057.
- [4] Короп Е Д, Плюто А А 1973 *Известия ВУЗов: Физика* **4** 131-132.
- [5] Hantzsche E 2003 *IEEE Transactions on Plasma Science* **31** 531 799–808.
- [6] Oks E M, Savkin K P, Yushkov G Y, Nikolaev A G, Anders A, Brown I G 2006 *Review of Scientific Instruments* **77** 3 03B504.
- [7] Окс Е М, Юшков Г Ю, Бугаев А С, Кринберг И А 2001 *ДАН* **378** 1 41–43.
- [8] Kozhevnikov V, Kozyrev A, Kokovin A, Semeniuk N 2021 *Energies* **14** 22 7608.
- [9] Anders A 1997 *Physical Review E* **55** 1 969–981.
- [10] Yoshida H 1990 *Physics Letters A* **150** 5–7 262–268.
- [11] Ren K, Alam M, Nielsen P P, Gussmann M, Rönnegård L 2022 *Frontiers in Animal Science* **3** 1-11.
- [12] Kozhevnikov V Yu, Kozyrev A V, Semeniuk N S 2017 *IEEE Transactions on Plasma Science* **45** 10 2762–2766.

Влияние давления в рабочей камере технологической установки на взаимодействие плазмы с поверхностью изделия при низкотемпературном плазменном упрочнении

Б М Бржозовский, Е П Зинина и В В Мартынов

Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук,
101990, Москва, Россия

E-mail: v_martynov@mail.ru

Аннотация. Рассмотрено влияние давления в рабочей камере технологической установки на ход и результаты процесса низкотемпературного плазменного упрочнения металлических изделий. Установлено, что определение момента увеличения давления и контроль продолжительности воздействия плазмы на поверхность изделия после этого обеспечивают получение наилучших результатов упрочнения.

1. Введение

Материалы исследований, выполненных по проблеме повышения ресурса металлических изделий различного назначения воздействием на их поверхностный слой газовым разрядом низкотемпературной плазмы, показали, что одним из направлений повышения эффективности воздействия является увеличение (относительно рабочего значения) давления в рабочей камере технологической установки перед отключением плазмы. Это позволяет после отключения поддерживать или интенсифицировать процесс адсорбции, блокируя или подавляя процесс десорбции [1]. Результатом становится повышение устойчивости поверхностного слоя к внешним воздействиям за счёт более значимого изменения показателей его свойств (физико-механических, электрофизических, теплофизических, химических), замедляющее процесс потери изделием работоспособности. В связи с этим представляет интерес исследование, направленное на изучение возможностей дальнейшего повышения эффективности процесса упрочнения за счёт изменения давления.

2. Подход к исследованию

Исследование проводилось на спиральных компрессионных однозаходных фрезах, применяемых в технологических процессах изготовления элементов корпусной мебели из древесностружечной ламинированной плиты, выполнялось в четыре этапа и заключалось в упрочнении фрез:

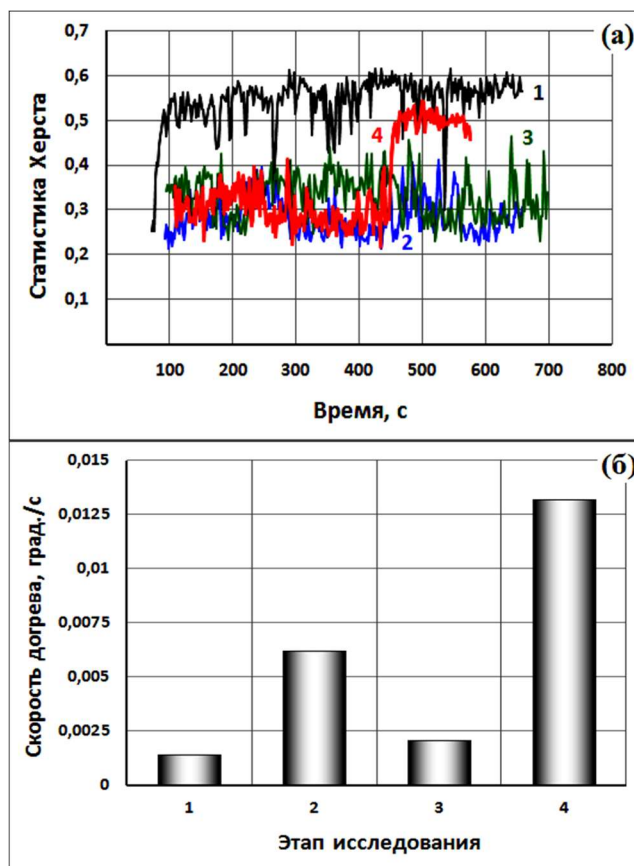
- на первом этапе при фиксированных значениях параметров технологического режима (уровне подводимой к фрезам СВЧ-мощности, подаваемом на них потенциале смещения, времени воздействия плазмы на их поверхность и давлении в рабочей камере установки);
- на втором этапе в режиме автоматического управления временем воздействия плазмы на поверхность фрез с помощью реализованного в системе управления установкой алгоритма, основанного на аппроксимации значений температуры, регистрируемой термопарой в держателе фрезы, который не подвергается непосредственному воздействию плазмы (лаговой температуры) логистической кривой и анализе поведения её параметров [2];
- на третьем этапе в режиме увеличения давления в рабочей камере за 2 минуты перед отключением плазмы при фиксированном времени её воздействия на поверхность фрез;
- на четвертом этапе в режиме автоматического управления временем воздействия плазмы на поверхность и увеличения давления в рабочей камере за 2 минуты перед отключением плазмы.

В процессе упрочнения с помощью реализованных в системе управления установкой каналов обратной связи регистрировались сигналы об интенсивности свечения плазменного разряда и лаговая температура, и вычислялись показатели, характеризующие сигналы количественно: об интенсивности свечения плазменного разряда – статистика Херста (H_0), о лаговой температуре – скорости нагрева поверхностного слоя плазмой и его догрева после её отключения за счёт продолжения распространения теплового потока в системе «поверхностный слой – тело пластины – держатель» по законам теплопроводности, теплообмена и излучения с поверхности [3].

В качестве показателя, характеризующего изменённые по результатам упрочнения свойства поверхностного слоя фрез, была принята средняя микротвёрдость по Виккерсу ($HV_{ср.}$), вычисляемая по данным измерения её значений с помощью микротвердомера ПМТ-3 при воздействии на поверхностный слой грузами разной массы. Такой подход позволял по результатам измерений получать распределение микротвердости по глубине поверхностного слоя фрез.

3. Результаты и обсуждение

На рисунке 1 представлены основные результаты исследования. Их анализ показывает, что ход процесса упрочнения в каждом случае имел специфические особенности, которые связаны с поведением плазменного разряда. Внешне оно проявлялось либо в постоянстве объёма разряда, либо в его периодическом изменении, носящем характер пульсаций с частотой ~ 2 Гц, изменяющих интенсивность свечения [3]. Первой ситуации соответствовало нахождение статистики Херста в области минимальных значений (кривые 2 и 3 на рисунке 1, а), второй ситуации – её смещение в область максимальных значений (кривые 1 и 4 на рисунке 1, а).



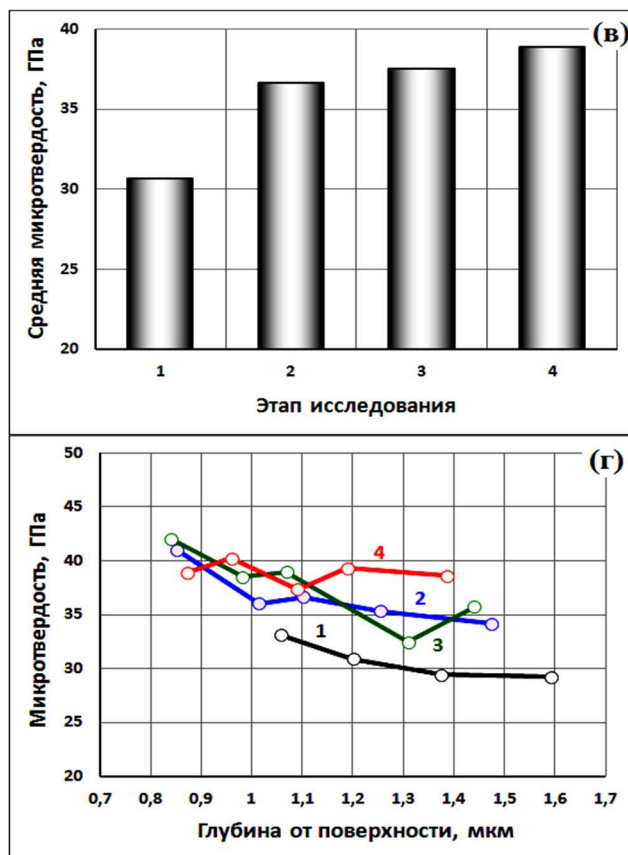


Рисунок 1. Типичные примеры хода и результатов процесса упрочнения фрез: вариации статистик Херста (а); скорости догрева поверхности (б); средние значения микротвёрдости поверхностного слоя (в); распределения микротвёрдости (г); 1-4 – этапы исследования.

Причиной возникновения пульсаций является нарушение квазинейтральности плазмы в условиях изменения взаимодействия её заряженных частиц с электромагнитным (формируемым источником генерации СВЧ-мощности) и электростатическим (формируемым источником потенциала смещения) полями при изменении свойств поверхностного слоя [4]. Следствием пульсаций становится изменение режима поступления нейтральных и заряженных частиц из плазмы на поверхность с непрерывного на импульсный тем в большей степени, чем большее значение имеет статистика Херста и чем, соответственно, с большей амплитудой пульсирует плазма [3]. С точки зрения воздействия на поверхность пульсации обусловили снижение скорости её нагрева и, соответственно, догрева после отключения плазмы (рисунок 1, б), что привело к наименьшим изменениям структуры и свойств поверхностного слоя фрез (рисунок 1, в, г).

При отсутствии пульсаций помимо непрерывного воздействия плазмы на поверхность улучшение результатов упрочнения (рисунок 1, в, г) обеспечивалось также:

- на 2 этапе интенсификацией процесса догрева поверхности при автоматическом прерывании воздействия на неё плазмы (рисунок 1, б) за счёт наличия более высокого температурного градиента между нагретой и ненагретой частями фрез, поддерживающего распространение теплового потока в их теле по законам теплопроводности в течение большего по сравнению с 1 этапом времени;
- на 3 этапе интенсификацией адсорбционных процессов на поверхности [1]. При этом скорость и время догрева поверхности фрез были меньше, поскольку по сравнению с 1 этапом было больше время её нагрева, поэтому общее время упрочнения имело максимальное значение.

Наибольший интерес представили результаты 4 этапа исследования, поскольку управление временем воздействия плазмы на поверхность и увеличение давления в рабочей камере позволили получить наилучшие результаты упрочнения (рисунок 1, б, в), включая равномерность распределения микротвердости по глубине поверхностного слоя (рисунок 1, г), значения которой отобразили большую степень воздействия на него тепловых процессов, несмотря на то, что общее время воздействия имело минимальное значение. Вместе с тем после смены давления было зафиксировано возникновение пульсаций плазменного разряда (рисунок 1, а). Это означает, что продолжительностью воздействия плазмы на поверхность после смены давления также необходимо управлять.

4. Выводы

Результаты выполненного исследования позволяют сделать вывод о том, что дальнейшее повышение эффективности процесса низкотемпературного плазменного упрочнения за счёт изменения давления достигается в условиях, во-первых, определения момента изменения, во-вторых, контроля продолжительности воздействия плазмы на поверхность изделия после изменения.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Российскому научному фонду, за счёт гранта которого (проект №19-19-00101) было выполнено исследование.

Список литературы

- [1] Бржозовский Б М, Зинина Е П, Мартынов В В 2022 Труды 29-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии» 141–5 (СПб: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ»).
- [2] Brzhozovsky B, Martynov V, Zinina E and Permyakov S 2021 Journal of Physics: Conference Series 1954 012004.
- [3] Brzhozovskii B, Martynov V, Zinina E, Permyakov S 2022 6th Scientific School “Dynamics of Complex Networks and their Applications” 52–4.
- [4] Бржозовский Б М, Мартынов В В, Зинина Е П, Молчанов С Ю 2021 Сборник трудов научного семинара технологов-машиностроителей «Перспективные направления развития финишных и виброволновых технологий» 201–8 (Ростов-на-Дону: ДГТУ).

Разработка манипулятора для обработки кремниевых пластин в вакуумной камере

Д К Капустин¹, И А Белянов¹ и А А Осипов^{1,2}

¹Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251, Санкт-Петербург, Россия

²Институт минералогии УрО РАН, 456317, Миасс, Россия

E-mail: dkkapustin99@gmail.com

Аннотация. Тенденция развития индустрии микроэлектроники, требует внедрения автоматизации, включая в себя робототехнические средства. В работе проводится краткий анализ существующих робототехнических решений, а также описывается прототип манипулятора, методы расчёта его механики, нагрузок. Описан код и алгоритм управления манипулятором, приведён пример приложения для работы с манипулятором на персональном компьютере. Кратко будут подведены итоги разработки и поставлены задачи на будущие исследования и улучшение прототипа.

1. Введение

В последнее время наблюдается непрерывный рост внедрения робототехнических средств в вакуумных условиях при работе с полупроводниками, это связано с тем, что в производстве микроэлектроники требуется чрезвычайно высокая чистота при проведении различных процессов. Для достижения подобных условий эффективным методом является создание разряженной среды – вакуума. Роботы в вакууме используются для различных операций, таких как нанесение тонких пленок, манипуляция элементами и инспектирование образцов. Кроме того, автоматизация производства с помощью робототехнических средств позволяет повысить производительность и воспроизводимость процессов, что является особенно важным для производства высококачественной продукции микроэлектронной промышленности [1].

2. Обзор существующих робототехнических решений

Роботы-манипуляторы — это комплексные системы, которые включают в себя механическую конструкцию, электрические приводы и систему управления. Они обеспечивают высокую точность и надежность, а также могут выполнять сложные задачи, такие как манипуляция подложек при процессе нанесения тонких пленок в вакууме. Однако, их высокая стоимость является основным недостатком. Так же важно отметить, что распространённые решения в основном имеют вращательные сочленения и имеют неподвижный хват [2]. Основным типом манипуляторов на данный момент являются механические манипуляторы. Они представляют собой механизмы в виде звеньев, представленных кинематическими цепями, которые образуют кинематические пары с угловым или поступательным движением, а также системой приводов, манипуляторы заканчиваются рабочим органом [3].

В данной работе при проектировании прототипа, основной задачей было увеличение подвижности манипулятора за счёт внедрения поступательного сочленения и возможности управлять пальцами хвата, принимая данные с датчиков давления, установленных на них, а также использование электрических приводов для достижения высокого уровня управляемости и точности позиционирования. Итоговая конструкция манипулятора должна позволить убрать барабан подачи кремниевых подложек, что позволят снизить финансовые затраты и ускорить рабочий процесс.

3. Разработка механики манипулятора

Главным ограничением при разработке манипулятора, является ограниченный размер вакуумной камеры, при разработке габариты камеры были приняты как: диаметр – 245 мм, высота 320 мм.

В таблице 1 перечислены ДН параметры манипулятора и ограничения для звеньев при работе вне камеры и в ней, а на рисунке 1 изображена кинематическая схема.

Таблица 1. ДН параметры манипулятора.

Звено	α_i	a_i	d_i	θ_i	Диапазон вне вакуумной камеры	Диапазон внутри вакуумной камеры	Размерность
Звено 1	$\pi/2$	0	11	θ_1	0-360	0-360	рад
Звено 2	$-\pi/2$	0	12	θ_2	-90-90	0	рад
Звено 3	$-\pi/2$	0	$13 + d_2$	0	0-30	0-30	мм
Звено 4	$-\pi/2$	0	-12	θ_3	-90-90	0-180	рад
Схват	0	0	14	0	-	-	-

где α_i – угол поворота от Z_i до Z_{i+1} вокруг оси X_i , a_i – расстояние от Z_i до Z_{i+1} по оси X_i , d_i – расстояние от X_{i-1} до X_i по оси Z_i , θ_i – угол поворота от X_{i-1} до X_i вокруг оси Z_i .

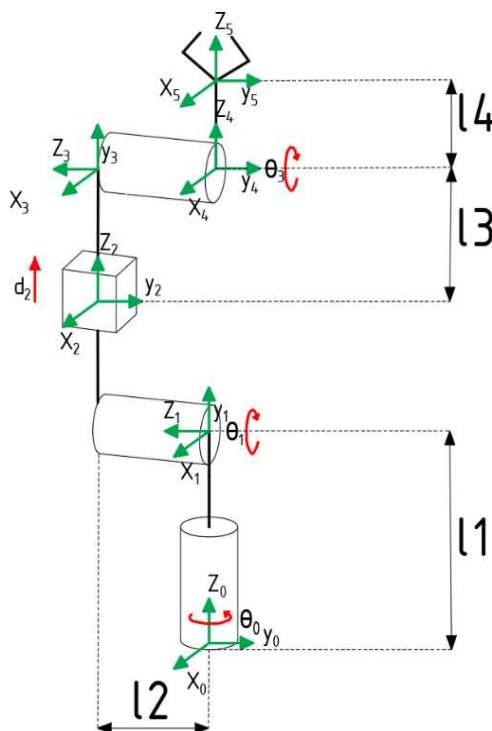


Рисунок 1. Кинематическая схема манипулятора.

4. Силовой расчёт манипулятора

Момент инерции для выбора двигателей манипулятора выполнялся как для тонкостенных цилиндров [4], а материалом для расчётов была выбрана нержавеющая сталь 12Х18Н10Т.

Поднимаемый груз и схват учитывается как точечная масса. Масса схвата была принята равной 350 грамм, а массу кремниевой подложки 12.5 грамм. Массы приводов оценивались как точечная масса, момент инерции точечной массы определяется как для материальной точки.

На рисунке 2 изображена компоновка манипулятора, где $\Delta = 2 * R_{i-1}$ – расстояние конструктивного перехода звена, R_{i-1} - радиус предыдущего звена, с которого начинается переход к звену i , $C_{зв i}$ – центр массы звена или привода.

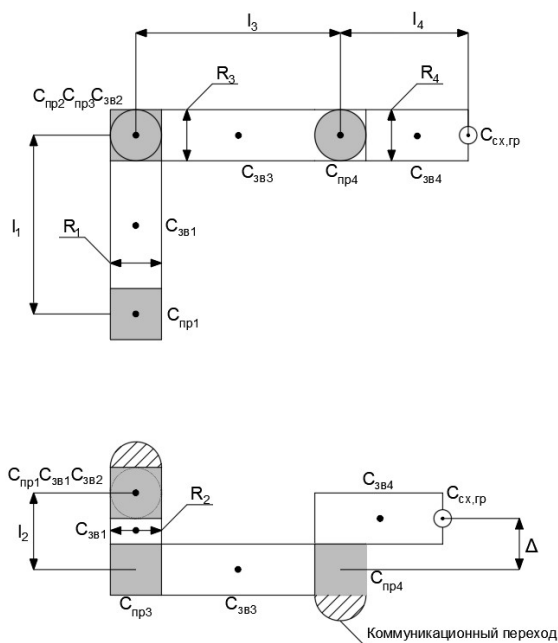


Рисунок 2. Компоновка манипулятора.

Расчет крутящих моментов приводов осуществлялся в статике для наиболее нагруженного состояния манипулятора. Такое состояние достигается при максимально вытянутых в горизонтальной плоскости звеньях, т. е. расположении большинства центров масс на одной прямой. Также проводился расчет с учетом возможной работы в наклоне с углом 15° . По итогу всех вычислений были выбраны оптимальные двигатели, на основе которых проектировались сочленения манипулятора.

5. Механика манипулятора

На рисунке 3 представлена итоговая трёхмерная модель манипулятора, в схвате и поступательном сочленении используется реечное соединение, в сочленениях 4 и 2 используется вращательное соединение. Для разделения первого сочленения между вакуумной и воздушной средой использовался вакуумный ввод вращения. Схват на данный момент рассчитан на горизонтальное положение кремниевых подложек, но конструкция позволяет легко заменить только одну деталь в виде крышки схвата, чтобы поменять положение схвата, так же вращательные сочленения позволяют на их основе собрать более распространённую и классическую схему манипулятора для работы в вакуумной среде с полупроводниками.

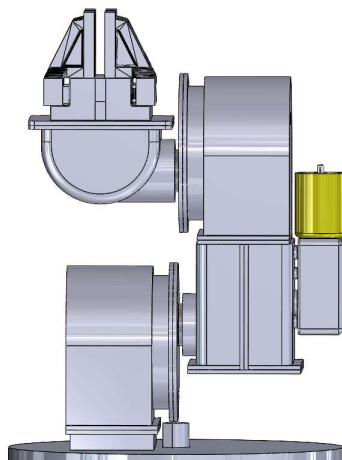


Рисунок 3. Трёхмерная модель манипулятора.

6. Электрика и код управления

Для разделения электрики между вакуумной и воздушной средой использовался электрический вакуумный разъём, к которому подключались провода от датчиков давления и электрических двигателей. Управление манипулятором осуществляется при помощи микроконтроллера Arduino Mega, сервоприводы управляются при помощи драйвера PCA9685, который подключается по протоколу связи I2C, управлением двигателем постоянного тока осуществляется через микросхему L298N, напрямую к пинам Arduino, а управление сервоприводом 1 сочленения, которое находится в воздушной среде, ведётся через преобразователь сигнала URT-1, который подключается по протоколу связи UART, сигнал с датчиков давления приходит на аналоговые пины arduino.

Управление двигателями происходит через компьютер с помощью парсинга данных при помощи протокола состоящего из целых чисел, где – первое число, это номер двигателя, разделителем была выбрана запятая, затем идёт значение передаваемое на двигатель, это величина угла поворота сочленения и терминатор, это знак окончания данных, им была выбрана точка с запятой.

Так же реализована возможность сохранять точки положения манипулятора с целью их повторения, а также возможность при необходимости или при завершении работы вернуться в исходную нулевую точку.

7. Тестирование прототипа манипулятора

По итогу был разработан рабочий прототип, сочленения которого выполняют всю заданную работу, пальцы схвата способны надёжно и крепко удерживать кремниевую пластину не повреждая её, а давление, которое необходимо приложить можно регулировать программно в зависимости от задачи. Так же было разработано приложение для управления манипулятором с компьютера, которое позволяет осуществлять удобный процесс работы с кремниевой пластиной. Готовый прототип манипулятора изображён на рисунке 4.

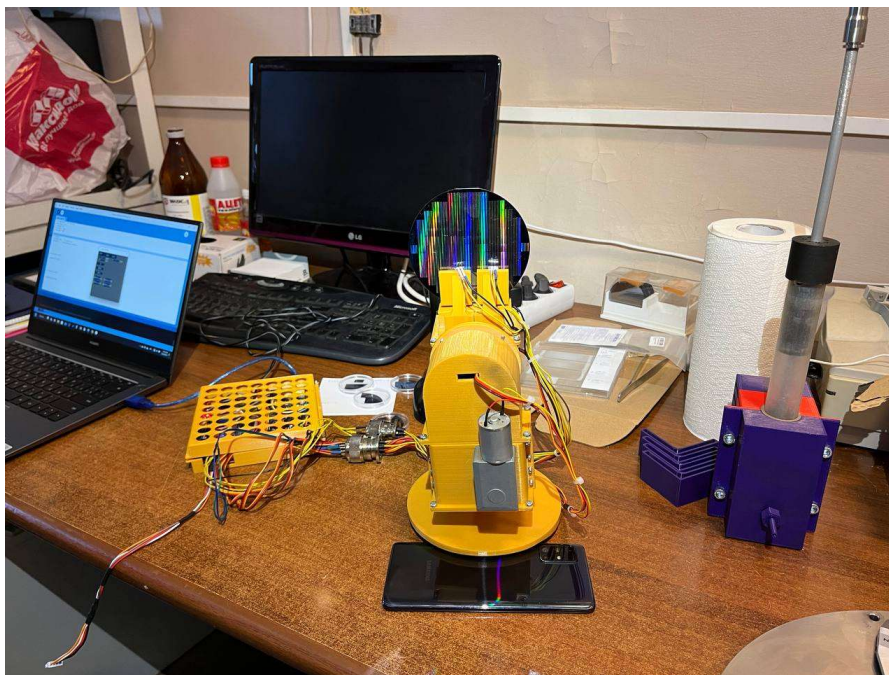


Рисунок 4. Готовый прототип манипулятора.

8. Заключение

В рамках работы был разработан и создан прототип манипулятора для работы в вакуумной среде, который обладает повышенной подвижностью по сравнению с большинством стандартных манипуляторов и позволяет вести точную работу при работе с полупроводниковыми материалами при низких финансовых затратах, поскольку использовались доступные в России электронные компоненты, материалы и двигатели.

В дальнейшем планируется добавление системы технического зрения, что позволит значительно повысить точность работы манипулятора, позволяя хватать кремниевые подложки с высокой точностью, что позволит избежать их повреждения в случае различных факторов, способных поменять положение пластины на подложкодержателе, а также планируется изготовление материала корпуса из металла и улучшение механики манипулятора по мере развития прототипа.

Список литературы

- [1] С Pan, M Zhou, Y Qiao and N Wu, "Scheduling Cluster Tools in Semiconductor Manufacturing: Recent Advances and Challenges," in IEEE Transactions on Automation Science and Engineering, vol. 15, no. 2, pp. 586-601, April 2018, doi: 10.1109/TASE.2016.2642997.
- [2] Abiko, Koichi et al. "Motion Switching Control Using the Invariant Set for the Silicon Wafer Transfer Robot." Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers. C 77 (2011): 1017-1028.
- [3] Е И Юревич. Основы робототехники: Учебное пособие. - 3-е изд., перераб. и доп. - СПб.: БХВ-Петербург, 2010. - 368 с.: ил.
- [4] Артоболевский И И Теория механизмов и машин: Учебник / Предисл. А.П. Бессонова, А.Н. Боголюбова, Н.И. Левитского. Изд. 8-е. — М.: ЛЕНАНД, 2019. 640 с.

Применение вакуумных технологий в производстве теплоизолированных труб

В Г Дураков

ООО «НПФ Кубаньнефтемаш», 353302, Россия, Краснодарский край, Абинский район, п. Ахтырский, ул. Механизаторов, 1

E-mail: electron@npf-kubanneftemash.ru

Аннотация. Проводится анализ технологии производства теплоизолированных труб (термокейсов), используемых для добычи высоковязкой нефти. Обосновано применение электронно-лучевой сварки на этапе герметизации откачного отверстия. Приведены результаты теплофизических испытаний.

1. Введение

Характерной особенностью современной нефтедобычи является увеличение в мировой структуре доли сырьевых ресурсов трудноизвлекаемых запасов, к которым относятся, в основном, тяжелые, высоковязкие нефти и природные битумы с вязкостью 30 мПа*с и выше. Запасы таких нефтей значительно превышают запасы легких и маловязких нефтей и, по оценкам специалистов, они составляют не менее 1 трлн. т. В промышленно развитых странах они рассматриваются не столько как резерв добычи нефти, сколько в качестве основной базы ее развития на ближайшие годы. Россия также обладает значительными трудноизвлекаемыми запасами нефтей и их объем составляет около 55 % в общем объеме запасов российской нефти [1,2]. Главной отличительной чертой химического состава высоковязких нефтей и природных битумов от традиционных нефтей является присутствие в них обширной группы микроэлементов (ванадия, никеля, железа, хрома, молибдена), а также повышенное содержание серы, асфальтенов, смол других гетероатомных соединений [4], что является дополнительным фактором в пользу добычи таких нефтей.

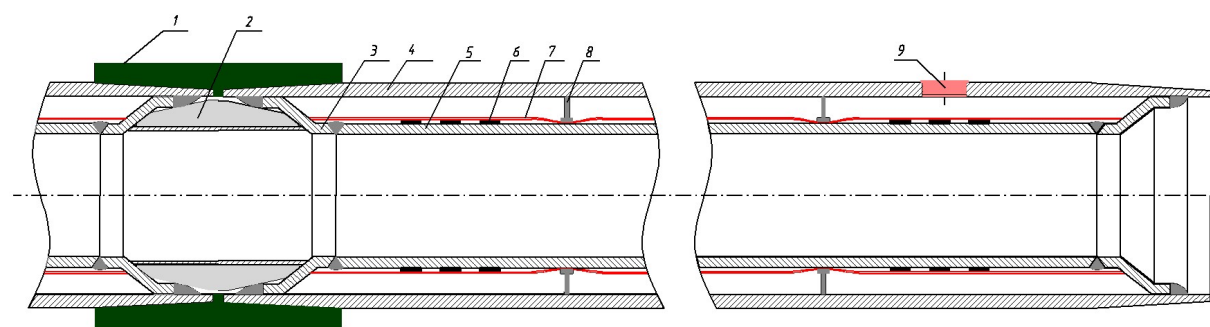
На сегодняшний день известно достаточно много технологий извлечения тяжелых нефтей и природных битумов, которые на практике доказали свою эффективность: это циклическая закачка пара (Cyclic Steam Stimulation – CSS), парогравитационный метод дренирования (Steam-Assisted Gravity Drainage – SAGD) и ряд других. В России в добыче тяжелых высоковязких нефтей доминируют тепловые технологии, аналогичные SAGD (на Ярегском и Ашальчинском месторождениях) и закачка теплоносителя (в т.ч. пара) в пласт [3].

Процесс паротепловой обработки скважины призабойной зоны заключается в периодической закачке перегретого до 350 °С пара в добывающие скважины для разогрева призабойной зоны пласта и снижения в ней вязкости нефти с последующим извлечением разжиженного сырья. Для закачки пара используются вакуумные теплоизолированные трубы, которые уменьшают тепловые потери пара, предотвращают оттаивание многолетних мерзлотных пород и обеспечивают сохранность в скважине цементного камня. Кроме как для закачки горячей воды или пара в скважину при добыче трудноизвлекаемой высоковязкой нефти теплоизолированные трубы с экранно-вакуумной изоляцией могут использоваться также для добычи нефти и газа предотвращая парафинообразование в лифтовой колонне и гидратообразование, в том числе, и в морских скважинах.

1. Конструкция теплоизолированной трубы и способ изготовления

Вакуумные теплоизолированные трубы производятся разными производителями, имеют устоявшуюся базовую конструкцию и общие черты в технологических процессах их производства.

Теплоизолированная труба с экранно-вакуумной изоляцией (рисунок 1) состоит из двух коаксиально расположенных труб, сваренных между собой по торцам через переходные втулки. В межтрубном промежутке расположена экранно-вакуумная изоляция, геттер (газопоглотитель) и центраторы. Экранно-вакуумная изоляция состоит из нескольких слоев алюминиевой фольги и разделителя, препятствующего контакту между слоями алюминиевой фольги. Фольга имеет перфорацию для облегчения откачки воздуха между слоями. Геттер имеет форму таблеток и располагается на наружной поверхности внутренней трубы. Он служит для поддержания вакуума в межтрубном промежутке и поглощения водорода в течении всего срока эксплуатации теплоизолированной трубы. Центраторы, закрепляемые на внутренней трубе, служат для фиксирования положения внутренней трубы относительно наружной. Между собой теплоизолированные трубы соединяются с помощью муфт, образуя теплоизолированную колонну. Для теплоизоляции муфтового соединения используется фторопластовый вкладыш, входящий в состав втулочного узла [6-13].



1- Муфтовое соединение, 2 - Фторопластовая втулка (муфтовый вкладыш), 3 - Переходная втулка между наружной и внутренней трубой, 4 - Наружная труба, 5 - Внутренняя труба, 6 – Геттер, 7 - Экранно-вакуумная изоляция, 8 – Центратор, 9 - Пробка, закрывающая откачное отверстие.

Рисунок 1. Базовая конструкция теплоизолированной трубы.

Процесс изготовления теплоизолированной трубы на ООО «НПФ Кубаньнефтемаш» состоит из следующих основных этапов: очистка поверхностей труб от ржавчины и окалины дробеструйной обработкой, приварка переходных втулок к внутренней трубе, намотка экранно-вакуумной изоляции с закладкой геттера и установкой центраторов на внутреннюю трубу, сварка по торцам труб, расположенных коаксиально, друг относительно друга, с последующим отпуском сварных соединений. Перед сваркой внутренняя труба вытягивается относительно наружной на заданное расстояние. Все сварные швы проверяются на герметичность с помощью гелиевого течеискателя. Откачка межтрубного промежутка проводится через заранее сделанное откачное отверстие в наружной трубе. Процесс откачки проводится форвакуумными и паромасляными насосами до давления порядка 10^{-5} мм.рт.ст. в течении 10 часов через отверстие в наружной трубе. Вакуумирование происходит одновременно с нагревом наружной и внутренней труб до температур 350-400 °С. Нагрев служит для обезгаживания металла труб и активации геттера. На заключительном этапе вакуумной откачки производится герметизация откачного отверстия. После охлаждения трубы проводится механическая обработка сварных швов и изготовление резьбы на наружной трубе под муфтовое соединение. Для контроля качества труб проводятся теплофизические испытания [6-13].

Требуемое предельное давление в межтрубном промежутке определяется соотношением между длиной свободного пробега молекул газа λ и характерным размером среды d ($\lambda/d \gg 1$). При межтрубном промежутке около 10 мм давление должно быть меньше 10^{-4} мм.рт.ст. При этом условия передача тепла происходит только за счет излучения, исключая передачу энергии за счет теплопроводности остаточного газа.

Следует отметить, что герметизация откачного отверстия является важной операцией, определяющей степень вакуума в межтрубном промежутке. От качества выполнения этой операции зависят теплофизические характеристики всего изделия.

Задача создания надежного вакуум-плотного соединения откачного отверстия с пробкой на ООО «НПФ Кубаньнефтемаш» решена путем использования электронно-лучевой сварки (ЭЛС) на заключительном этапе вакуумной откачки. В данном случае гарантируется сохранение вакуума в межтрубном промежутке, как в момент герметизации откачного отверстия, так и в процессе эксплуатации термокейсов. На рисунке 2 представлена схема сварки пробочного узла электронным лучом с круговой разверткой.

На завершающем этапе процесса откачки на каждую трубу поочередно устанавливается электронно-лучевая пушка, перемещаемая в трех плоскостях на манипуляторе, который в свою очередь перемещается по рельсам вдоль вакуумных установок. После откачки объема между пушкой и трубой в откачное отверстие закладывается пробка с помощью специального приспособления и производится заварка пробочного узла электронным лучом в вакууме. Далее после отсоединения трубы от вакуумной системы откачки поверх пробки методом полуавтоматической сварки в среде защитного газа (MAG) приваривается крышка с целью дополнительной защиты пробочного узла в процессе эксплуатации труб.

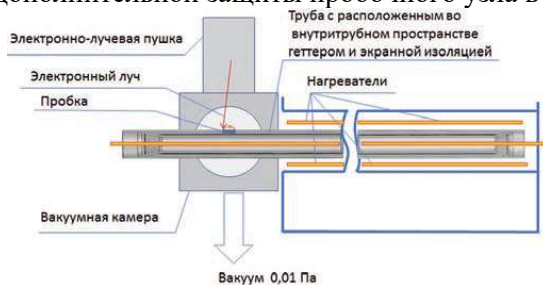


Рисунок 2. Схема установки вакуумирования и ЭЛС пробки теплоизолированных труб.

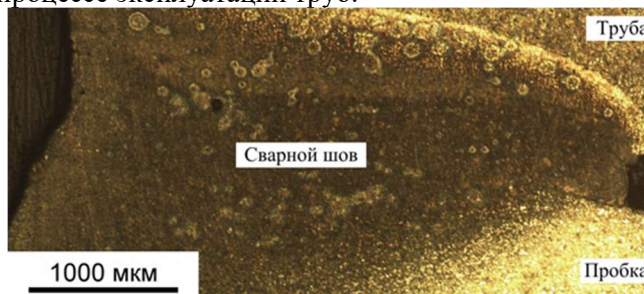


Рисунок 3. Макроструктура сварного соединения [14].

По результатам оптической металлографии и данным рентгенофазового анализа в сварном шве между трубой из стали 32Г2 и пробки из стали 20, выполненным электронным лучом, формируется мартенсит. Наличие мартенсита в сварном шве приводит к значительному повышению микротвердости особенно в корне шва (3200 ± 200 МПа), который формируется в металле с повышенным содержанием углерода. В то время как для исходного состояния стали 32Г2 средняя величина твердости составляет 2000 ± 50 МПа. В зоне термического влияния формируется дисперсная феррито-перлитная смесь. В ходе термического цикла приварки крышки происходит высокий отпуск ранее сформированного сварного соединения. Это позволяет получить в сварном шве пробки дисперсную феррито-перлитную структуру с уровнем твердости, не превышающим 2200 МПа в корне шва. Далее по толщине сварного шва уровень твердости по закону, близкому к линейному, падает до ~ 1820 МПа [14].

2. Теплофизические испытания теплоизолированных труб

Для определения теплоизоляционных характеристик, а именно коэффициента теплопроводности готового изделия проводятся теплофизические испытания каждой изготовленной трубы. Корпоративный стандарт СТО Газпром 2-3,2-174-2007 регламентирует значение коэффициента теплопроводности термокейса не более 0,012 Вт/мК при добыче газового флюида с температурой, не превышающей 80 °С. В этом случае удастся сохранить многолетнемерзлые породы в исходном состоянии вокруг ствола скважины. Для добычи высоковязкой нефти ведется закачка пара с температурой 350 °С в пласт. И в этом случае, чтобы не допустить оттаивания многолетнемерзлых пород коэффициент теплопроводности трубы не должен превышать значений, установленных СТО Газпром 2-3,2-174-2007.

В соответствии с техническими требованиями к теплоизолированным лифтовым трубам (ТЛТ) СТО Газпром 2-3.2-174-2007 определение теплофизических характеристик ТЛТ проводится с помощью тепломера путем измерения удельных тепловых потоков q_T в установившемся режиме. Тепловые потоки измеряются в трех или более точках, коэффициент теплопроводности λ , Вт/м·К, вычисляются по формуле (1), а затем берут его среднее значение от нескольких измерений [15].

$$\lambda = \frac{q_T \cdot D \cdot \ln D/d}{2(t_1 - t_2)}, \quad (1)$$

где D – внутренний диаметр несущей (наружной) трубы, м; d – наружный диаметр внутренней трубы, м; t_1 – температура внутри трубы, К; t_2 – температура в точках на поверхности наружной трубы, расположенными на разных расстояниях от торца трубы, К.

Плотность теплового потока q_T , также может быть рассчитана по формуле без использования тепломера:

$$q_T = \alpha \pi d^2 (t_2 - t_{cp}), \quad (2)$$

где α – коэффициент конвективного теплообмена наружной поверхности трубы с окружающей средой; d_2 – наружный диаметр внешней трубы; t_2 – температура наружной поверхности трубы; t_{cp} – температура окружающей среды.

Для условий свободно-конвективного теплообмена коэффициент теплоотдачи α определяется, как от горизонтального цилиндра в неограниченную воздушную среду по формуле:

$$\alpha = A_1 \left(\frac{t_2 - t_{cp}}{d_2} \right)^{1/4}, \quad (3)$$

$$\text{которая справедлива при: } t_2 - t_{cp} < (840/d_2)^3, \quad (4)$$

где A_1 – коэффициент, зависящий от теплофизических характеристик воздуха при температуре $0,5 (t_{нар} + t_{cp})$. Зависимость A_1 от температуры обычно представляется в виде таблицы, но для удобства вычислений данные таблицы могут быть представлены в виде графика с последующей аппроксимацией, справедливой в диапазоне температур $0,5 (t_{нар} + t_{cp})$ от 0 до 150 °С:

$$A_1 = 1,69452 + t_m (1,01386 \cdot 10^{-5} t_m - 0,00463), \quad (5)$$

$$\text{где } t_m = (t_2 + t_{cp})/2$$

Конечная формула для коэффициента теплопроводности при условии, если пренебречь термическими сопротивлениями стенок, считая их тонкими в тепловом смысле, имеет вид:

$$\lambda = \alpha d^2 (t_2 - t_{cp}) \frac{\ln D/d}{2(t_1 - t_2)}, \quad (6) [16-18]$$

Приведенные формулы (1-6) встраиваются в приложение Excel и в итоге получается удобная методика для расчета коэффициента теплопроводности без использования тепломеров, оперируя только значениями температур и геометрическими параметрами труб.

Пример определения коэффициента теплопроводности термокейса с помощью теплофизических испытаний представлен ниже в виде фрагмента таблицы Excel для промышленно производимой трубы ТК 114-89-350. При нагреве внутренней трубы до температуры 350 °С имеем разницу между температурой на поверхности трубы и температурой окружающей среды $t_2 - t_{cp}$ около 20 °С. При этом λ не превышает 0,009 Вт/мК.

	A	B	C	D	E	F	G
1	Дата	Зав.№	$t_{вн}$ °С	$t_{ок}$ °С	$t_{вср}$ °С	$\Delta t = t_{вср} - t_{ок}$	$\lambda_{вср}$ Вт/мК
2	05.05.22	002251	350	22,0	44,9	22,9	0,009
3	05.05.22	002250	350	22,0	44,6	22,6	0,009
4	06.05.22	002262	350	21,0	38,8	17,8	0,006

3. Заключение

На предприятии ООО «НПФ Кубаньнефтемаш» разработана технология производства вакуумных теплоизолированных труб на заключительной стадии вакуумной откачки, которых используется электронно-лучевая сварка. Применение электронно-лучевой сварки на

заключительном этапе производства позволило повысить качество выпускаемой продукции и сократить безвозвратные потери теплоизолированных труб до значений менее 1 %.

Список литературы

- [1] Полищук Ю М и Яценко И Г Высоковязкие нефти: анализ пространственных и временных изменений физико-химических свойств // Нефтегазовое дело, 2005 <http://www.ogbus.ru>.
- [2] Данилова Е Тяжелые нефти России // The Chemical Journal Декабрь 2008. С.34-37.
- [3] Халикова Д А, Петров С М и Башкирцева Н Ю Обзор перспективных технологий переработки тяжелых высоковязких нефтей и природных битумов // Вестник Казанского технологического университета – 2013. - Т. 16. № 3. С. 217-21.
- [4] Яценко И Г Тяжелые ванадиевоносные нефти России // Известия Томского политехнического университета. 2012. Т. 321. № 1. С.105-11.
- [5] Вакуумная техника: учебник для вузов / Розанов Л Н 3-е издание, перераб. и доп. – М.: Высшая шк., 2007. – 391 с.
- [6] Овчинников Д В, Лефлер М Н, Пугин А И. и Копылов П Л Освоение технологии производства труб лифтовых теплоизолированных (тлт) в ОАО «СИНТЗ» // с сайта: elag.urfu.ru.
- [7] Чикалов С Г, Пышминцев И Ю, Засельский Е М, Медведев А П, Марченко К Л, и Тихонцева Н Т Опыт применения теплоизолированных лифтовых труб в условиях газовых месторождений севера западной Сибири // ГАЗОВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ № 12 / 778 / 2018 г. С.38-42.
- [8] Артеменков В Ю, Ерехинский Б А, Мамедов Н С, Заряев И А и Селиванов С Э Теплоизолированные лифтовые трубы: от прошлого к настоящему // ГАЗОВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ № 2 / 748 / 2017 г. С.64-66.
- [9] Патент РФ 2588927.
- [10] СЕКЦИЯ ТЕПЛОИЗОЛИРОВАННОЙ КОЛОННЫ. Патент РФ 2487228.
- [11] Патент РФ 2500874.
- [12] Патент РФ 2585338.
- [13] ТУ 14-161-236–2010. Трубы теплоизолированные насосно-компрессорные в хладостойком
- [14] Гнюсов С Ф, Федин Е А, Дураков В Г и Коршунов В Н Электронно-лучевая сварка в производстве теплоизолированных лифтовых труб с экранно-вакуумной изоляцией // ТЯЖЕЛОЕ МАШИНОСТРОЕНИЕ. 2018. №6. С. 29-32.
- [15] СТО Газпром 2-3.2-174-2007
- [16] Тепло- и массообмен в радиоэлектронной аппаратуре / Дульнев Г Н Москва, издательство Высшая школа, 1984. — 247 с.
- [17] Основы теплопередачи / Михеев М А и Михеева И М Изд. 2-е, стереотип. М., «Энергия», 1977. - 344 с.
- [18] Экранно-вакуумная теплоизоляция и определение её характеристик / Н.К. Матвеев. Учебное пособие. Балт. гос. тех. ун-т.- СПб., 2012, - 40с.

Изучение влияния расхода кислорода на скорость осаждения покрытия на основе Zr-Y при магнетронном распылении с охлаждаемой мишенью

Г В Качалин, А Ф Медников, К С Медведев, А И Бычков и О С Зилова
ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ», 111250, Москва, РФ

E-mail: kachalingv@mpei.ru

Аннотация. Проведена серия экспериментов по определению парциальных давлений аргона и кислорода, и получению покрытий из мишени Zr(92%)-Y(8%) при различных мощностях магнетронного разряда и расходах кислорода. Экспериментально установлено, что при переходе из металлического режима в окисленный, скорость осаждения оксидного покрытия снижается более, чем в 10 раз. Эта особенность магнетронных распылительных систем с охлаждаемой мишенью делает их практически непригодными для решения задач нанесения термобарьерных слоев покрытий на элементы горячего тракта современных газовых турбин.

1. Введение

На текущем этапе реализации отечественной программы [1] развития газотурбинных установок (ГТУ) стоит задача освоения производства турбин с температурами в камере сгорания 1300÷1350 °С (ГТУ 60÷80 МВт) и 1350÷1400 °С (ГТУ 170÷200 МВт), что помимо решения целого ряда технических задач, включает в себя разработку способов, создание оборудования и получение новых составов термобарьерных покрытий (ТБП) для элементов горячего тракта.

Современные ТБП, в общем случае, включают в себя жаростойкий металлический подслоя толщиной 30÷50 мкм и керамический слой с низким коэффициентом теплопроводности толщиной от 50 мкм и более. Среди основных направлений при разработке ТБП выделяют задачи понижения коэффициента теплопроводности керамического слоя, повышение рабочих температур, увеличение времени работы покрытия [2-4].

На сегодняшний день разработаны и совершенствуются много различных способов формирования ТБП: атмосферное и вакуумное плазменное напыление ([англ. Atmospheric Plasma Spraying \(APS\)](#) и [Vacuum Plasma Spraying \(VPS\)](#)), напыление в плазме низкого давления ([англ. Low-Pressure Plasma Spraying \(LPPS\)](#)), высокоскоростное газопламенное напыление ([англ. High Velocity Oxygen Fuel \(HVOF\)](#)). Хорошими характеристиками также обладает ТБП, сформированное методом электронно-лучевого физического осаждения из паровой фазы ([англ. Electron Beam Physical Vapour Deposition \(EB-PVD\)](#)).

Предлагаемая работа представляет собой первый этап комплексных исследований, направленных на разработку технологических основ и технических решений по формированию и изучению характеристик ТБП, получаемых с помощью современных систем магнетронного распыления.

2. Оборудование и методика проведения исследований

Формирование покрытий осуществлялось в вакуумной магнетронной установке «Гефест-НРИМС» (разработка коллектива НИУ «МЭИ», 2012 г.). Особенностью установки, в отличие от ранее созданного коллективом оборудования [5], является наличие специализированной планетарной системы, обеспечивающей возможность как непосредственно планетарного

вращения, так и вращение всех или отдельно выбранных позиций планетарного механизма в заданном положении, в частности, непосредственно перед технологическим источником.

В рамках настоящих исследований формирование покрытий производилось из планарного магнетрона с плоской мишенью. Габаритные размеры мишени - 710×80×8 мм, материал – Zr (92%)-Y(8%). Покрытия наносились на образцы из стекла и кремния. Во время проведения технологического процесса образцы закреплялись на специальной оснастке, которая вращалась непосредственно перед магнетроном. Расстояние мишень – ось вращения оснастки составляло 150 мм. В качестве технологических газов использовались аргон и кислород особой чистоты. Подача технологических газов в вакуумную камеру производилась регуляторами расхода газа РРГ-10 (ООО «Элтотприбор»).

На первом этапе исследовалось влияние расхода кислорода на парциальные давления аргона и кислорода при трех мощностях магнетронного разряда: 3 кВт, 5 кВт и 7кВт. Для каждой выбранной мощности разряда расход кислорода вначале увеличивался до заданной величины, затем постепенно уменьшался до нуля. Парциальные давления измерялись с помощью масс-спектрометра QMG220 (Pfeiffer Vacuum).

На втором этапе исследовалось влияние расхода кислорода на скорость осаждения покрытия при мощности магнетронного разряда 5 кВт. Технологический процесс формирования покрытий включал в себя откачку с одновременным прогревом вакуумной камеры до давления 5×10^{-3} Па, подачу плазмообразующего газа аргона с расходом 2.52 нл/час (для всех экспериментов), проведение ионной очистки образцов в тлеющем разряде в течение 5 минут и непосредственно нанесение покрытия при заданном расходе кислорода в течение 20 мин. Кислород подавался через регулятор расхода с максимальной пропускной способностью 9 нл/час. Блок питания магнетрона работал в режиме стабилизации мощности. После каждого технологического процесса с кислородом проводился отдельный процесс распыления мишени в аргоне для приведения всей системы к одинаковым начальным условиям.

Определение толщин покрытий на стеклянных образцах проводилось с помощью механического профилометра Dektak 150, по ступенькам, образованным между покрытыми и защищенными от покрытия участками образцов.

Исследование толщины и морфологии покрытий на кремниевых образцах проводилось с использованием сканирующего электронного микроскопа MIRA 3 LMU. Толщина исследовалась на поперечных сколах, морфология – непосредственно на поверхности образцов.

3. Результаты и обсуждение

На рисунке 1 приведены зависимости парциальных давлений аргона и кислорода от расхода кислорода, полученные для различных мощностей магнетронного разряда. При увеличении расхода кислорода, для каждой выбранной мощности магнетронного разряда, на начальном металлическом режиме (рисунок 2, а), парциальное давление кислорода близко к нулю, а затем скачкообразно увеличивается, и система переходит в окисленный режим (рисунок 2, б), при котором имеет место наличие оксидной пленки на мишени. При последующем снижении расхода кислорода, парциальные давления обоих газов восстанавливаются до исходных значений не сразу, а при расходах кислорода существенно меньших, чем при первоначальном переходе из металлического режима к окисленному. Таким образом имеет место классический гистерезис, причины которого детально описаны в литературе, например, в [6].

При переходе от металлического режима к окисленному наблюдалось также скачкообразное изменение напряжения и тока магнетронного разряда. Значения тока и напряжения магнетронного разряда для мощности 5 кВт представлены в таблице 1. Результаты определения толщины покрытий приведены в таблице 2 и на графике (рисунок 3). Характерные изображения покрытий, полученные на сколах на кремниевых образцах представлены на рисунке 4.

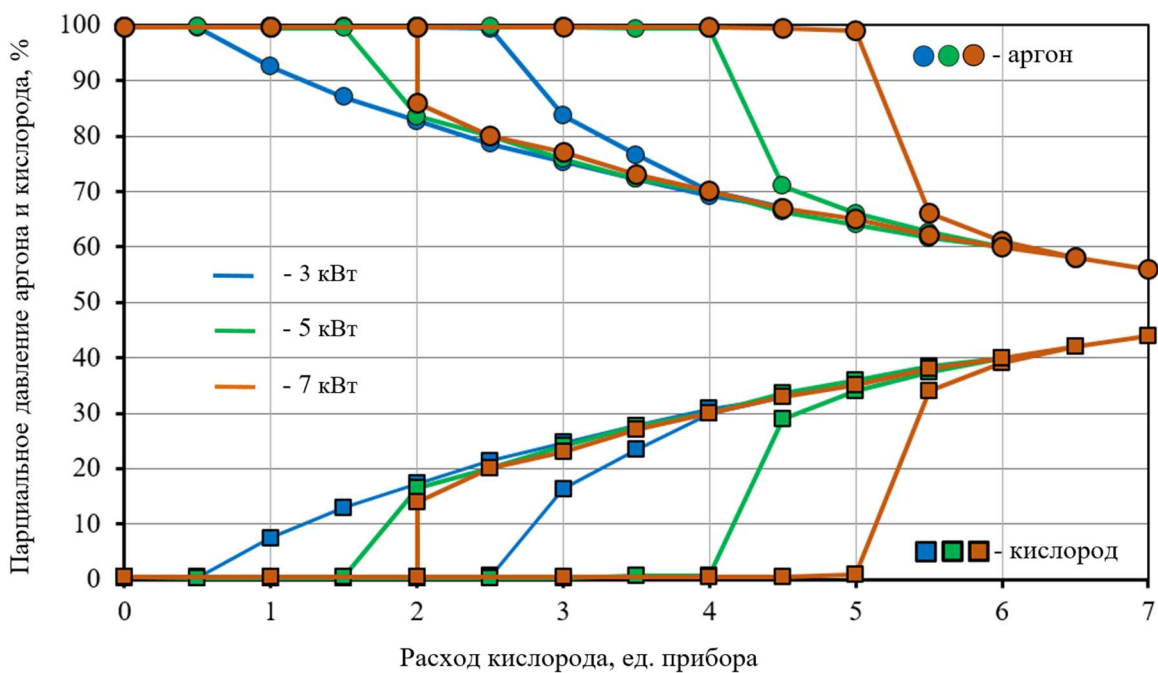


Рисунок 1. Зависимости парциальных давлений аргона и кислорода для различных мощностей магнетронного разряда от расхода кислорода.

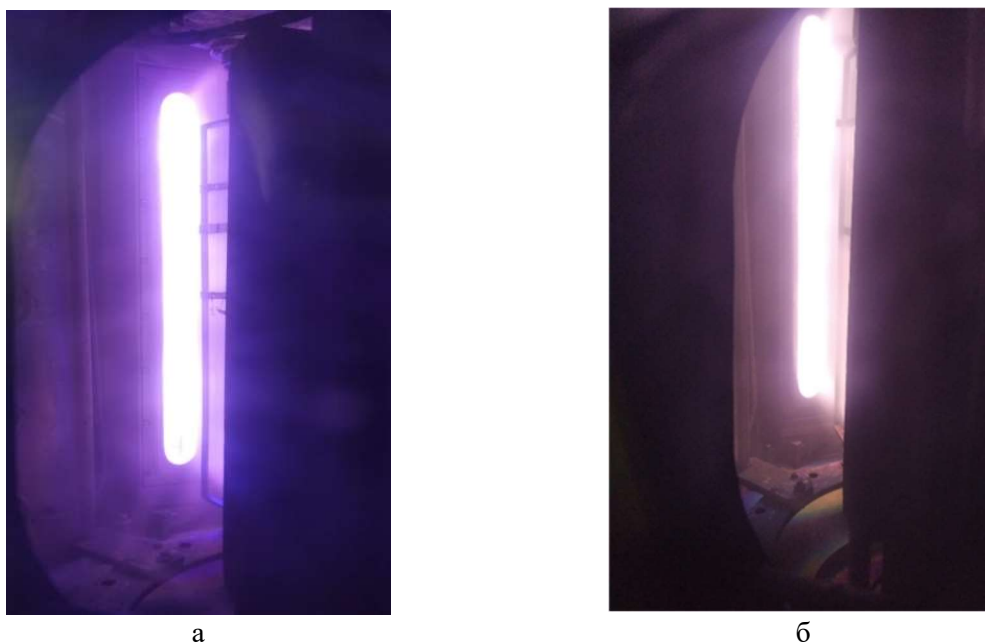


Рисунок 2. Характерный вид магнетронного разряда с мишенью из Zr-Y: металлический режим (а) и окисленный режим (б).

Таблица 1. Значения тока и напряжения магнетронного разряда для мощности 5 кВт.

№ п/п	Расход кислорода, ед. прибора	Напряжение, В	Ток, А	Парциальное давление аргона, %	Парциальное давление кислорода, %
1	0			100	0
2	1			100	0
3	2			83	18
4	3			76	25
5	4			70	31
6	5			65	35
7	6			61	40
8	7			56	45

1	0	376	13.5	99.6	0.4
2	0.5	374	13.4	99.7	0.3
3	1	378	13.4	99.7	0.3
4	1.5	379	13.4	99.7	0.3
5	2	379	13.4	99.7	0.3
6	2.5	380	13.4	99.7	0.3
7	3	381	13.3	99.7	0.3
8	3.5	382	13.3	99.4	0.6
9	4	385	13.2	99.4	0.6
10	4.5	336	15.1	71	29
11	5	338	15	66	34
12	5.5	339	15	62.7	37.3
13	6	340	14.9	60	40
14	5.5	339	14.9	61.6	38.4
15	5	339	15	64	36
16	4.5	338	15	66.4	33.6
17	4	338	15	70	30
18	3.5	337	15	72.3	27.7
19	3	338	15	75.8	24.2
20	2.5	340	14.9	80	20
21	2	344	14.7	83.5	16.5
22	1.5	388	13.1	99.5	0.5
23	1	383	13.2	99.5	0.5

Таблица 2. Результаты определения толщины и скорости осаждения покрытия.

№ п/п	Расход кислорода, ед. прибора	Толщина покрытия, мкм	Скорость осаждения, мкм/час
1	0	1.28±0.12	3.8±0.4
2	1	1.31±0.12	3.9±0.4
3	2	1.25±0.11	3.8±0.3
4	3	1.38±0.12	4.1±0.4
5	4	0.109±0.023	0.33±0.07

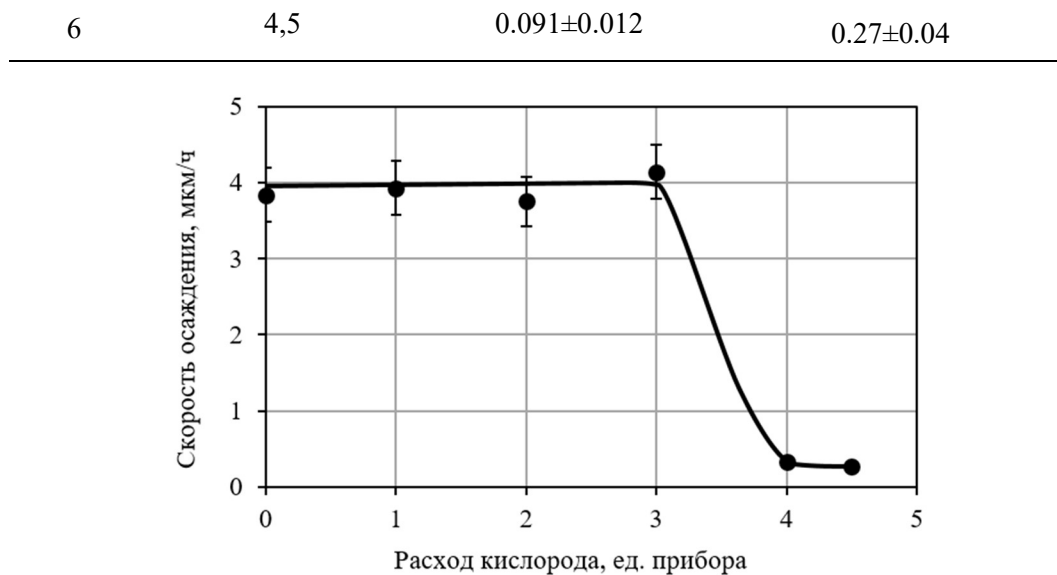


Рисунок 3. Изменение скорости осаждения покрытия в зависимости от расхода кислорода при мощности магнетронного разряда 5 кВт.

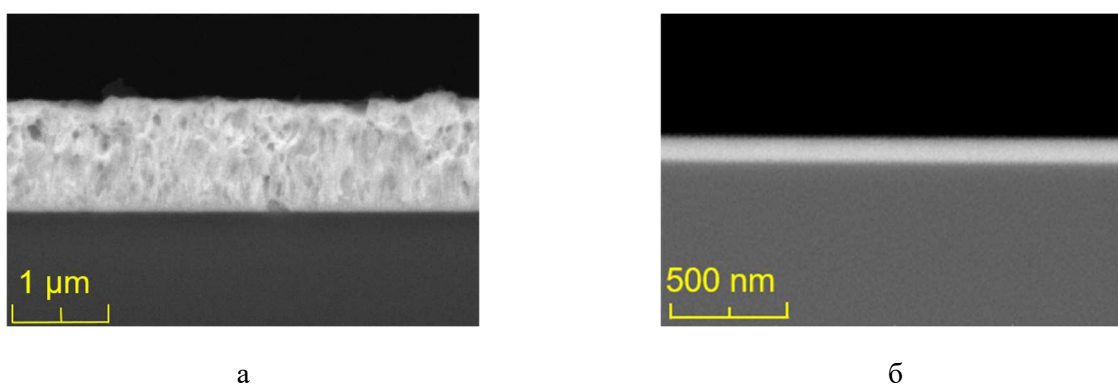


Рисунок 4. РЭМ изображения сколов покрытия на кремниевых подложках: металлический режим (а) и окисленный режим (б).

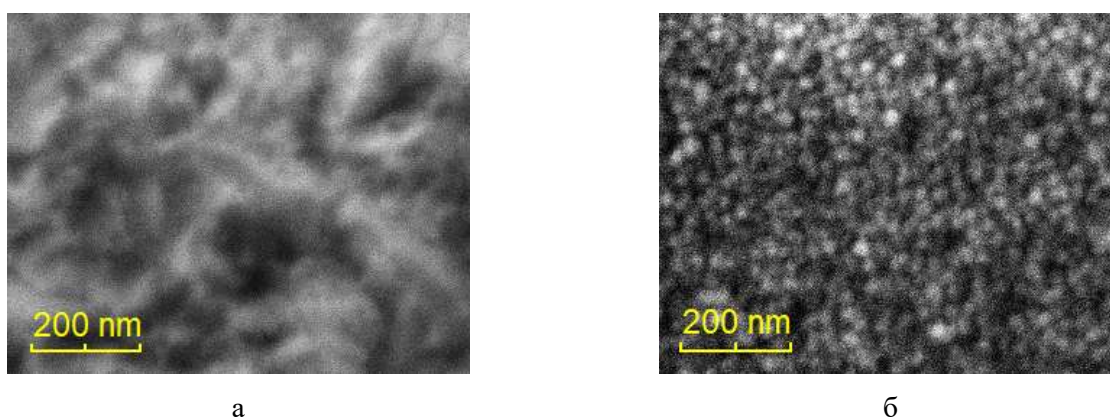


Рисунок 5. РЭМ изображения морфологии покрытия на кремниевых подложках: металлический режим (а) и окисленный режим (б).

Анализ полученных результатов показывает, что при переходе к окисленному режиму скорость осаждения покрытия снижается более, чем в 10 раз. Все покрытия, сформированные на металлическом режиме, получились непрозрачные и хорошо проводили электрический ток, на окисленном – прозрачные и непроводящие. Ранее авторами было установлено, что покрытия, полученные в условиях металлического режима, быстро сгорали при нагревании до температуры 800÷850 °С, а покрытия, полученные на окисленном режиме, оставались неизменными при температурах более 1000 °С.

4. Заключение

Для формирования термобарьерных покрытий на элементах горячего тракта перспективных газовых турбин методом магнетронного распыления необходимо использовать такие режимы, при которых происходит осаждение полностью окисленных и непроводящих слоев.

Однако, для процесса магнетронного распыления с охлаждаемой мишенью скорость осаждения таких покрытий очень низкая. В условиях настоящих экспериментов эта скорость составила, примерно, 0.3 мкм/час. При этом, для нанесения керамического слоя покрытия толщиной, например, 50 мкм потребовалось бы 160÷170 часов.

Очевидно, что для серийного производства по нанесению керамических слоев термобарьерных покрытий магнетронные распылительные системы с охлаждаемой мишенью использовать неэффективно.

Применение магнетронных распылительных систем с «горячей» мишенью может позволить обеспечить скорость осаждения керамических слоев покрытий на уровне скорости осаждения покрытий для металлического режима. Действительно, с повышением температуры мишени и достижении некоторой пороговой температуры, окислы, образующиеся на ее поверхности, могут стать проводящими, что позволит существенно увеличить скорости осаждения керамических слоев.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания № FSWF-2023-0016 (Соглашение № 075-03-2023-383 от 18 января 2023г.) в сфере научной деятельности на 2023-2025 гг.

Список литературы

- [1] Филиппов С П, Полищук В Л 2019 Программа импортозамещения оборудования энергетического машиностроения в области газотурбинных технологий1 1-21.
- [2] Li M, Guo L, Ye F 2016 *Ceramics International*42(15) 16584-16588.
- [3] Kumar V, Kandasubramanian B 2016 *Particuology*27 1-28.
- [4] Liu Z G, Ouyang J H, Zhou Y 2008 *Materials Letters*62 3524–3526.
- [5] Качалин Г В, Рыженков А В, Медведев К С, Бычков А И, Парфененок М А 2014 Надежность и безопасность энергетики2(25) 8-12.
- [6] Берлин Е В, Двинин С А, Сейдман Л А 2007 Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок1 1-176.

Деарсенация золотосодержащих концентратов в вакууме без принудительного перемещения дисперсной среды

С А Требухов, В Н Володин, А В Ниценко, К А Линник и Е А Гапуров

АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, 050010, г. Алматы, Республика Казахстан

E-mail: s.trebukhov@satbayev.university, vohubert@mail.ru

Аннотация. Разработано новое конструктивное оформление сублимационного процесса удаления мышьяка в вакууме из концентратов, содержащих золото, заключающееся в перемещении дисперсного материала по наклонным поверхностям за счет реологических свойств. Разработана оптимальная форма наклонных поверхностей, имеющих форму пластин, что открывает возможности изготовления их из керамических или иных материалов, устойчивых в агрессивной атмосфере. Способ подвода тепла излучением к поверхностям перерабатываемого сыпучего материала снижает требования к термостойкости несущих конструкций. Технологические испытания по сублимации сульфидных соединений мышьяка из гранулированных концентратов Бакырчикского месторождения подтвердили перспективность подобного конструктивного оформления сублимационных процессов при высокой степени удаления мышьяка.

1. Введение

В Казахстане существует значительное количество месторождений полиметаллических сульфидных руд и производство мелко дисперсных концентратов, имеющих в своем составе мышьяк в виде сульфидов или его соединений [1]. Традиционные методы переработки такого вида сырья не приемлемы в виду образования весьма в процессе пирометаллургического передела токсичных соединений мышьяка, попадающих в окружающую среду. Решение данной проблемы заключается в предварительном выводе мышьяка из подобного вида сырья. Одним из перспективных направлений является вывод мышьяка в малотоксичной сульфидной форме при термической обработке материала при пониженном давлении. Использование вакуума исключает окисление мышьяка кислородом воздуха, а следовательно, и образование высокотоксичного мышьяковистого ангидрида (As_2O_3).

В АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University на протяжении нескольких десятилетий занимались разработкой оборудования и технологий для деарсенации такого сырья в вакууме [2-9]. Технологические испытания показали высокую экологическую безопасность использования вакуумного оборудования [8].

К настоящему времени перемещение сыпучего материала в вакуумных аппаратах обеспечивают принудительно, в основном, псевдооживлением направленной вибрацией [10] и прососом потока газа через слой дисперсного материала [11].

Реализация сублимационного процесса без принудительного перемещения дисперсного материала через высокотемпературную зону вакуумных электропечей, а также прямого нагрева участков открытой поверхности перерабатываемого материала излучением к настоящему времени не известно. Поэтому предлагаемые для создания пилотной установки конструктивные решения в представленной работе имеют практическую ценность, обладают научной и технической новизной. Применение разрабатываемого оборудования на практике обеспечит технико-экономическую эффективность производства с соблюдением всех экологических

требований с минимальным воздействием на окружающую среду, что в настоящее время является основополагающим показателем при выборе той или иной технологии.

2. Сублиматор с реологическим перемещением дисперсного материала

Вследствие наличия непреодолимых проблем понижения давления, свойственных для кипящего слоя в вакууме, и термостойкости конструкционных материалов при передаче тепла от нагревателя к обрабатываемому материалу в вибровакuumных печах, авторами выполнены конструктивные разработки сублиматоров, перемещение дисперсного материала в которых осуществляется за счет реологических свойств [12-16] – пересыпанием по наклонным поверхностям, угол наклона которых превышает угол естественного откоса сыпучей среды.

Наиболее совершенной оказалась конструкция вакуумной сублимационной электропечи [17], схема которой приведена на рисунке 1, наклонные поверхности которой выполнены в виде пластин (рисунок 2), что делает возможным изготовление последних из керамических или иных материалов, устойчивых в агрессивной сульфидной среде при высоких температурах.

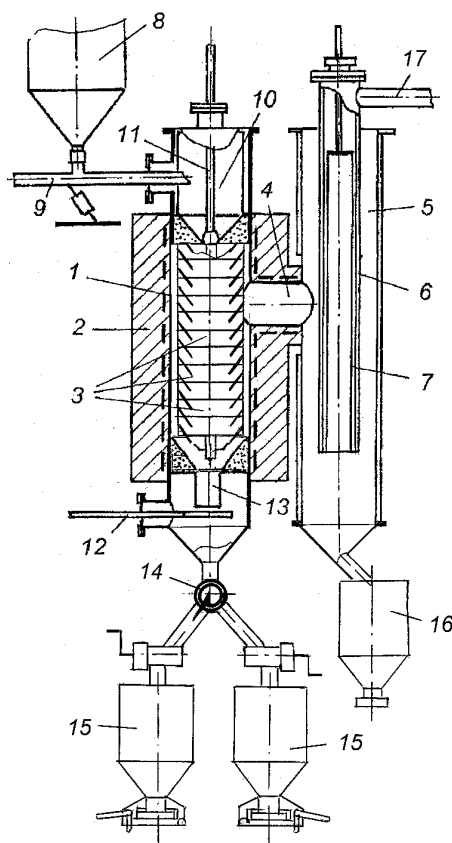


Рисунок 1. Схема вакуумной сублимационной электропечи с реологическим перемещением дисперсных материалов: 1 - сублиматор; 2 – электропечь; 3 наклонные поверхности; 4 - паропровод; 5 – конденсатор; 6 – труба; 7 – фильтр тканевый; 8 – приёмный бункер для исходного сырья; 9 – загрузчик вибрационный; 10 – емкость промежуточная; 11 – шток с конусным затвором; 12 – разгрузчик вибрационный; 13 – устье; 14 – переключатель потока; 15 – разгрузочные бункера для остатка; 16 – приемный бункер конденсата; 17 – вакуум-провод.

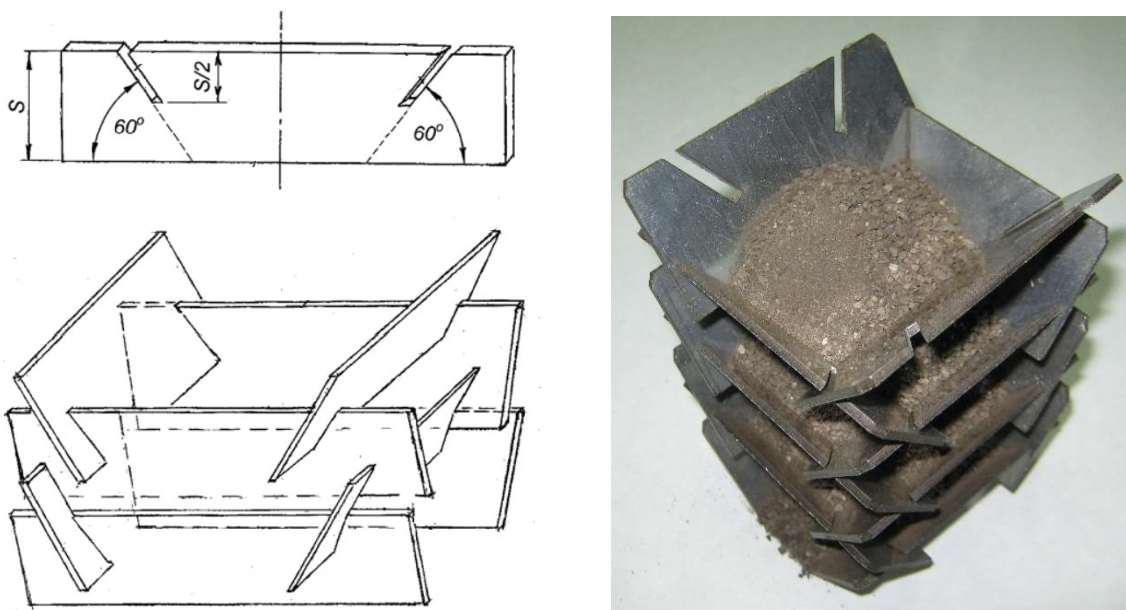


Рисунок 2. Наклонные поверхности внутри вакуумного реактора.

Технически решение выполнено в виде шахты, образованной попарно пластинами с наклонными прорезями, угол которых (к горизонту) больше, чем угол естественного откоса сыпучего материала. Пластины попарно образуют зазоры между собой и нижней парой пластин таким образом, чтобы ссыпавшийся под углом естественного откоса материал не «перетекал» верхний край ниже расположенных пластин.

Установка в целом представляет собой сублиматор (1), обогреваемый электропечью (2), внутри которого размещена шахта из наклонных поверхностей – пластин (3 – рисунок 2). На первом этапе для упрощения конструкции в качестве нагревателя использован корпус сублиматора. Пространство сублиматора соединено обогреваемым паропроводом (4) с охлаждаемым водой конденсатором (5). Внутри конденсатора коаксиально смонтирована охлаждаемая водой труба (6) внутри которой размещен тканевый фильтр (7) для улавливания тонкодисперсного конденсата.

Установка снабжена приёмным бункером (8) для загрузки исходного сырья и вибропитателем (9) для подачи материала в промежуточную емкость (10). Промежуточная емкость отделена от пространства сублиматора подвижным полым штоком с конусным затвором (11), внутри которого размещена термопара. Ниже шахты, собранной из пластин смонтирован виброразгрузчик (12), который совместно с сыпучим материалом в устье (13) образует затвор, отделяющий систему разгрузки, состоящую из переключателя потока обработанного материала (14) и разгрузочных бункеров (15) для остатка от переработки. Осыпавшиеся со стенок конденсатора сульфиды мышьяка накапливали в бункере (16). Газы из аппарата эвакуировали через вакуумпровод (17).

Нагрев обрабатываемого материала осуществляли излучением на открытые участки поверхности, образованные дисперсным материалом за счет естественного пересыпания и обращенные к внешнему нагревателю. Площадь поверхности для выхода пара (открытые участки поверхности) составила $\sim 5 \cdot 10^{-2} \text{ м}^2$.

Время обработки сыпучего материала – пребывания в реакционном пространстве регулировали производительностью вибрационного разгрузчика, плоскость которого расположена с зазором относительно устья. Дисперсный материал в устье и на разгрузчике с бортами образовывали затвор, отделяющий сублимационный объем от бункерного пространства, что предотвращало проникновение и конденсацию сульфидной паровой фазы в

последнем. Паровую фазу направляли на твердофазную конденсацию сульфидов мышьяка в конденсатор циклонного типа.

Подобная конструкция сублиматора позволяет создавать аппараты для переработки больших объемов сырья путем размещения внутри реакционного пространства нескольких вертикальных шахт и их варианты из наклонных поверхностей.

3. Технологические испытания по удалению мышьяка из Бакырчикского концентрата

Технологические испытания по удалению мышьяка из золото содержащих концентратов проведены с пробами гравитационного и флотационного концентратов Бакырчикского месторождения, имеющими в своем составе, %: мышьяка – 21,4 и 14,1; железа – 35,8 и 22,3; серы – 32,0 и 20,1; меди – 0,05 и 0,19; свинца – 0,24 и 1,0; цинка – 0,06 и 0,80; SiO₂ – 4,80 и 16,8; Al₂O₃ – 2,38 и 4,89; золота – $2,3 \cdot 10^{-2}$ и $8,1 \cdot 10^{-3}$; серебра – $2,0 \cdot 10^{-3}$ и $5,9 \cdot 10^{-3}$.

Для уменьшения выноса пыли из сублиматора и снижения диффузионного сопротивления выходу мышьяка содержащего пара из перерабатываемого сырья концентраты подвергали грануляции с добавлением (~2 %) сульфит-целлюлозного щелока на чашевом грануляторе, при следующих условиях: частота вращения чаши 0,5 с⁻¹, угол наклона 0,7 радиан. После грануляции концентрат подвергали сушке при 100 °С до остаточной влажности 1 – 3 % и рассеву. Фракцию размером (-10+1) мм направляли на переработку, менее 1 мм – возвращали на грануляцию. Предварительно было установлено, что размер гранул до 10 мм не оказывает влияния на степень деарсенации материала.

Грануляция концентратов предотвращает также нарушение процесса схода обрабатываемого материала по наклонным поверхностям внутри сублимационной шахты.

Условия и результаты процесса удаления мышьяка из концентратов без принудительного перемещения дисперсного материала в сублиматоре приведены в таблице 1. Там же для сопоставления приведены аналогичные данные выполненных ранее технологических испытаний на вибровакuumной установке производительностью 500 кг в сутки по сыпучему материалу.

В связи с большим объемом априорной информации о распределении элементов и соединений, содержащихся в концентратах, отслеживали лишь поведение мышьяка. Температуру измеряли на выходе материала из сублиматора.

Таблица 1. Условия и результаты переработки гранулированного флотационного и гравитационного концентратов с реологическим перемещением материала в сублиматоре.

	Флотационный концентрат				Гравитационный концентрат					
	Температура, °С	Давление, кПа	Производительность, т/(м ² ×сутки)	Содержание As в остатке, %	Извлечение As, %	Температура, °С	Давление, кПа	Производительность, т/(м ² ×сутки)	Содержание As в остатке, %	Извлечение As, %
	650±10	0,7	2,82	0,14	99,22	600±10	0,6	1,03	0,28	99,21
	700±15	1,3	2,47	0,12	99,34	700±15	2,5	1,11	0,30	99,16
	800±15	2,7	1,91	0,18	99,02	800±15	2,6	0,97	0,22	99,38

Анализируя данные, можно видеть, что мышьяк при всех условиях без принудительного перемещения гранул в сублиматоре достаточно полно (более 99%) переходит в паровую фазу и в конечном итоге в сульфидный конденсат. Остаточное содержание мышьяка в остатке от сублимации при одинаковых температурах на 0,2 – 0,3 % меньше, чем при перемещении направленной вибрацией, что обусловлено, по-нашему мнению, большим разрежением, способствующим диссоциации леллингита.

Унос пыли при реологическом перемещении дисперсного гранулированного материала сократился с 5,2 – 9,0 % при вибрационном перемещении сырья до 1 – 2% в нашем случае.

Количестве унесенной из реакционного пространства пыли при переработке концентратов на разработанном оборудовании рассчитывали по содержанию SiO_2 в конденсате.

Сера, присутствующая в концентрате, в сопоставимых количествах распределяется между остатком от сублимации и конденсатом. Железо практически полностью концентрируется в остатке от переработки.

Петрографическими исследованиями в конденсатах найдены сульфидные соединения мышьяка (As_xS_y , где $x=y$, As_2S_3 , отличное от природного аурипигмента), зерна элементного мышьяка и весьма малое количество зерен пирротина. Рентгенофазовым анализом в конденсатах обнаружено различное содержание сульфидов, близких по составу к As_4S_3 и AsS . То есть конденсат представлен наиболее безопасными формами мышьяка, который может быть переплавлен в слитки, удобные для захоронения или складирования.

Химическим анализом содержание благородных металлов в конденсате не обнаружено, пробирным анализом найдено менее 1 г/т золота. То есть драгоценные металлы практически полностью остаются в остатке от сублимации с минимально возможным содержанием мышьяка.

В остатках после сублимации мышьяка обнаружено малое количество (3 – 10 событий на 1 дм^3) легко разрушающихся агломератов дисперсных частиц, размером менее 10 мкм. Застойных зон в шахте с дисперсным материалом не обнаружено.

4. Выводы

Анализируя проведенные технологические испытания по деарсенации золото – мышьяковых концентратов и функционирование разработанного сублимационного оборудования можно констатировать высокую степень – более 99 % возгонки мышьяка материала с практически полной локализацией драгоценных металлов в остатке от сублимации и стабильную работу оборудования, обеспечивающего технологический процесс. Остаток может быть переработан пирометаллургическим способом в качестве флюсующей добавки.

Таким образом, предложенное техническое решение по оформлению процесса сублимации сульфидов мышьяка из золото-мышьяковых концентратов, позволяет масштабировать переработку подобного рода сырья и упрощает выбор материалов для конструкционного оформления процесса.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант ИРН AP09258805).

Список литературы

- [1] Soloviev S G, Kryazhev S G, Dvurechenskaya S S & Trushin S I 2020 Ore Geology Reviews 127 103863 <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2020.103863>
- [2] Кожухметов С М, Квятковский С А, Оспанов Е А и Семёнова А С 2017 Цветные металлы 8 39-42 <https://doi.org/10.17580/tsm.2017.08.05>
- [3] Кожухметов С М, Квятковский С А, Оспанов Е А и Сейсембаев Р С 2016 Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra 299(4) 25-30 https://kims-imio.kz/wp-content/uploads/2018/03/ilovepdf_com-26-31.pdf
- [4] Abubakriev A T, Koizhanova A K, Magomedov D R, Erdenova M B & Abdyldaev N N 2019 Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra 310(3) 10-5. <https://doi.org/10.31643/2019/6445.23>
- [5] Храпунов В Е, Челохсаев Л С, Такежанов С Т и Исакова Р А 1991 Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra 6 42-5
- [6] Isakova R A, Chelokhsaev L S, Khrapunov V E, Spivak M M & Fedulov J O 1993 J. Kunming Institute Technology 18(2) 28-34. http://caod.oriprobe.com/articles/33123890/VACUUM_THERMAL_ARSENIC_EXTRACTION_FROM_GOLD_CONTAINING_SULPHIDE_CONCENTRATED_MATERIALS.html

- [7] Храпунов В Е, Кенжалиев Б К, Болотова Л С и Исакова Р А 2001 *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra*11 33-6
- [8] Исакова Р А, Храпунов В Е и Володин В Н 2012 Цветные металлы10 69-74 <https://www.rudmet.ru/journal/952/article/14939/>
- [9] Koizhanova A K, Berkinbayeva A N, Sedelnikova G V, Kenzhaliyev B K, Azlan, M N, Magomedov D R & Efremova Y M 2021 *Metalurgija*60(3-4) 423-26.
- [10] Храпунов В Е и Исакова Р А 2002 Переработка упорных золотомышьяковых концентратов с применением вакуума. Алматы, Ғылым. 252
- [11] Храпунов В Е, Исакова Р А, Абрамов А С и Володин В Н. 2004 Переработка ртутьсодержащего минерального и техногенного сырья при пониженном давлении. Алматы, Комплекс. 236
- [12] Volodin V N, Trebukhov S A, Nitsenko A V, Trebukhov S A and Tuletay F Kh 2021 *Journal of Physics: Conference Series*2059 012026. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2059/1/012026>
- [13] Trebukhov S A, Volodin V N, Nitcenko A V, Trebukhov A A & Kilibayev E O 2022 *Kompleksnoe Ispolzovanie Mineralnogo Syra*324(1) 57-63 <https://doi.org/10.31643/2023/6445.08>
- [14] Патент Республики Казахстан №36013 Вакуумный аппарат для переработки сыпучих материалов / Требухов С А, Володин В Н, Кенжалиев Б К, Ниценко А В, Бурабаева Н М, Требухов А А и Тулеутай Ф Х; опубл. 23.12.2022. Бюл. №51 – 5с: ил. <https://gosreestr.kazpatent.kz/Invention/Details?docNumber=350356>
- [15] Патент Республики Казахстан №36117 Вакуумный аппарат для переработки сыпучих материалов / Володин В Н, Требухов С А, Кенжалиев Б К, Ниценко А В, Бурабаева Н М, Требухов А А и Тулеутай Ф Х; опубл. 24.02.2023. Бюл. №8 – 8с: ил. <https://gosreestr.kazpatent.kz/Invention/Details?docNumber=352318>
- [16] Патент Республики Казахстан №36118 Вакуумный аппарат для переработки сыпучих материалов / Володин В Н, Требухов С А, Кенжалиев Б К, Ниценко А В, Бурабаева Н М, Требухов А А и Тулеутай Ф Х; опубл. 24.02.2023. Бюл. №8 – 6с: ил. <https://gosreestr.kazpatent.kz/Invention/Details?docNumber=352568>
- [17] Патент Республики Казахстан №36160 Вакуумная электропечь для переработки сыпучих материалов / Володин В Н, Требухов С А, Кенжалиев Б К, Ниценко А В, Бурабаева Н М, Требухов А А и Тулеутай Ф Х; опубл. 07.04.2023. Бюл. №14 – 6с: ил. <https://gosreestr.kazpatent.kz/Invention/Details?docNumber=354673>

Распределение редких элементов при вакуум-дистилляционной переработке полиметаллических штейнов

В Н Володин, С А Требухов, А В Ниценко, А А Требухов и Ф Х Тулеутай

АО «Институт металлургии и обогащения» Satbayev University, 050010, г. Алматы, Республика Казахстан

E-mail: volodinv_n@mail.ru, s.trebukhov@satbayev.university

Аннотация. На основании величин давления пара рассчитаны и представлены на фазовых диаграммах границы парожидкостного равновесия в двойных системах халькогенидов меди, железа, свинца, сурьмы, цинка и других элементов в вакууме, на основании которых сделаны выводы о распределении селена, теллура и указанных металлов. Технологические испытания заводского масштаба подтвердили выводы исследований, что открывает возможность извлечения редких металлов в отдельный продукт на стадии вакуум-термической переработки штейнов различных производств.

1. Введение

При пирометаллургической переработке сульфидных концентратов на медных, свинцовых и сурьмяных заводах в качестве промежуточного продукта получают полиметаллические штейны. Основу полиметаллических штейнов медных и свинцовых заводов составляют сульфиды меди (Cu_2S) и железа (FeS). Помимо основных составляющих в штейне присутствуют соединения цветных металлов (PbS , ZnS), редкие элементы: кадмий, сурьма, мышьяк, индий и другие в виде сульфидов, а также селен и теллур. Причем, наибольшее по содержанию в штейне количество после PbS и ZnS представлено сульфидами сурьмы, мышьяка и кадмия.

Распределение сульфидов основных компонентов при дистилляционной переработке штейнов в вакууме, в том числе сульфидов свинца и цинка приведено в работе [1]. Значительно меньшее количество публикаций посвящено изучению термодинамики халькогенидов и двойных расплавов халькогенидов редких металлов [2-6] применительно к условиям переработки штейнов.

О поведении селена, теллура, сурьмы, кадмия, германия и индия в условиях вакуум-дистилляционной переработки полиметаллических штейнов судили на основании построения полей парожидкостного равновесия двойных систем некоторых халькогенидов.

Селен и теллур изоморфно замещают серу в халькогенидах меди и железа – основе промышленных штейнов. Равновесное распределение селена и теллура при дистилляции из сплавов халькогенидов меди изучено нами ранее [7] и установлено, что сульфид и теллурид меди полностью, а селенид меди – преимущественно будут концентрироваться в кубовом остатке.

2. Экспериментальная часть

О поведении халькогенидов железа можно судить на основании полных диаграмм состояния (рисунок 1) двойных систем.

При рассмотрении положения границ фазовых переходов расплав – пар видно, что понижение давления над жидкой ванной практически не оказывает влияния на качество разделения халькогенов. Степень разложения, исходя из диаграмм состояния, увеличивается от серы к теллуру. Разделение дистилляцией серы и селена в одну стадию при технологическом давлении 0,7 – 15 кПа не представляется возможным. В системах $\text{FeS} - \text{FeTe}$ и $\text{FeSe} - \text{FeTe}$ паровая фаза представлена преимущественно димерами теллура.

В процессе дистилляции летучих компонентов, осуществляемом, как правило, при температурах 1100 – 1250 °С и низком давлении 15 ÷ 0,7 кПа, сульфид и селенид железа будут полностью концентрироваться в кубовом остатке. Теллурид железа, исходя из величин давления диссоциации соединения при 0,7 кПа будет преимущественно разлагаться на элементы до достижения температуры плавления двойных систем.

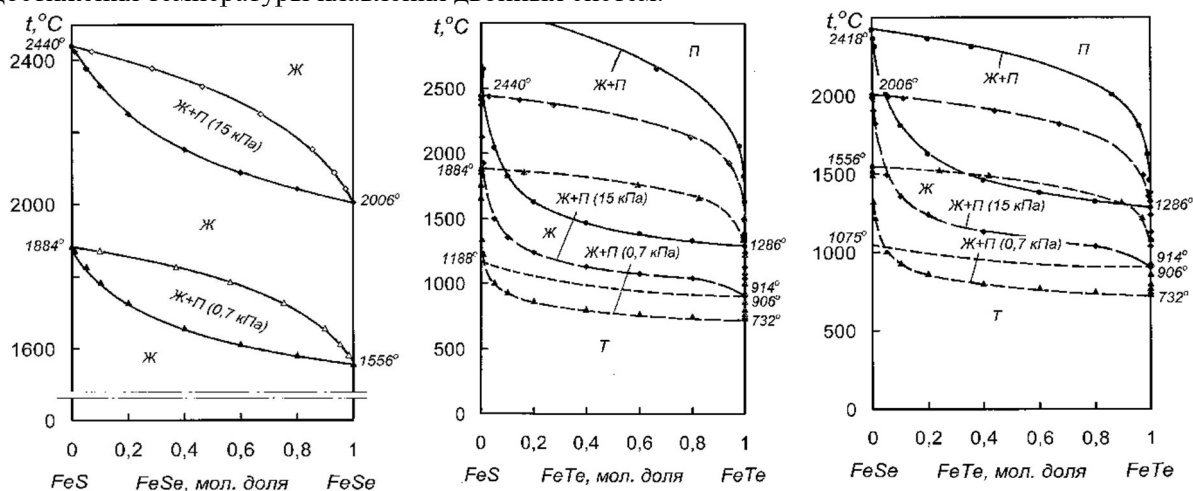


Рисунок 1. Поля парожидкостного равновесия в халькогенидных системах железа.

При термодинамическом исследовании двойных халькогенидных систем свинца (рисунок 2) установлено, что в процессе дистилляции летучих при низком давлении, осуществляемом при температурах 1100 – 1250 °С, халькогениды свинца будут концентрироваться в паровой фазе.

Исходя из положения границ полей сосуществования жидкой и паровой фаз в системах $\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{Sb}_2\text{Se}_3$, $\text{Sb}_2\text{Se}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ и $\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ сделан вывод о невозможности разделения двойных систем халькогенидов на отдельные соединения в процессе одного цикла испарение – конденсация. Отмечено разное влияние понижения давления над расплавами. В системе $\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{Sb}_2\text{Se}_3$ понижение давления от атмосферного до 0,7 кПа не изменяет положение границ поля жидкости и пара (Ж+П) по температуре; в системе $\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ – ширина поля (Ж+П) уменьшается с понижением давления; в системе $\text{Sb}_2\text{Se}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ – ширина поля по температуре вначале уменьшается, затем увеличивается. Причиной подобного изменения положения границ полей (Ж+П) в последних двух системах является, по-видимому, неточности определения величин давления пара исходных халькогенидов сурьмы.

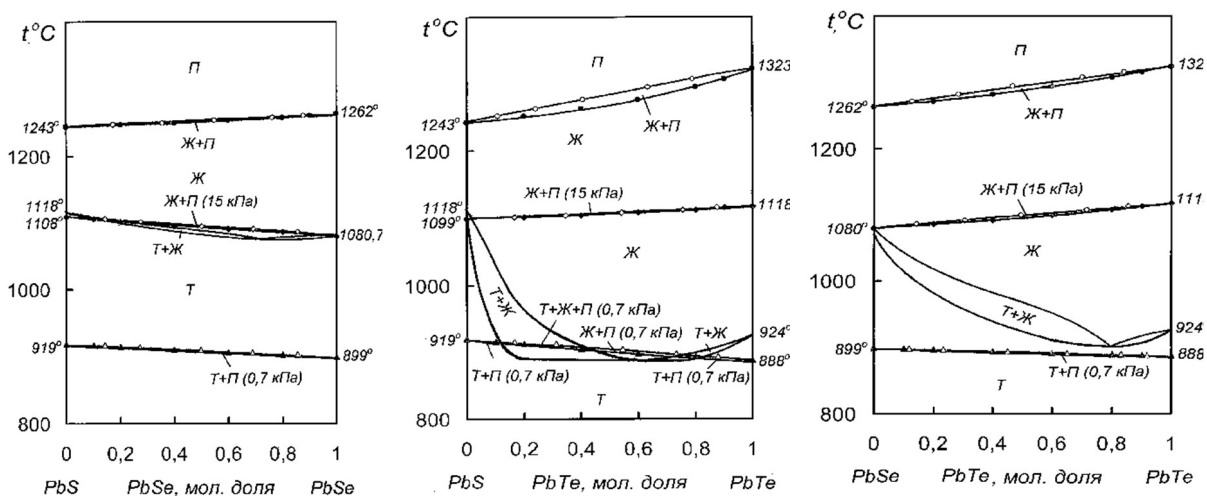


Рисунок 2. Диаграммы состояния халькогенидов свинца.

Вместе с тем, положение кривых кипения растворов халькогенидов сурьмы свидетельствует о полном переводе соединений в паровую фазу в условиях дистилляционной переработки штейнов (при температурах 1100 – 1250 °С) даже при атмосферном давлении.

Наиболее полно нами изучены двойные системы трисульфида сурьмы с основными составляющими полиметаллических штейнов свинцовых заводов: сульфидов меди и железа.

На рисунке 3 представлены полные диаграммы состояния указанных систем., где нанесены границы полей парожидкостного равновесия ($L+V$) при атмосферном давлении и в вакууме при 700 Па (заштриховано). Величина разрежения 700 Па обусловлена тем, что понизить давление над расплавами сульфидов в технологических условиях не представляется возможным из-за величины давления насыщенного пара некоторых соединений.

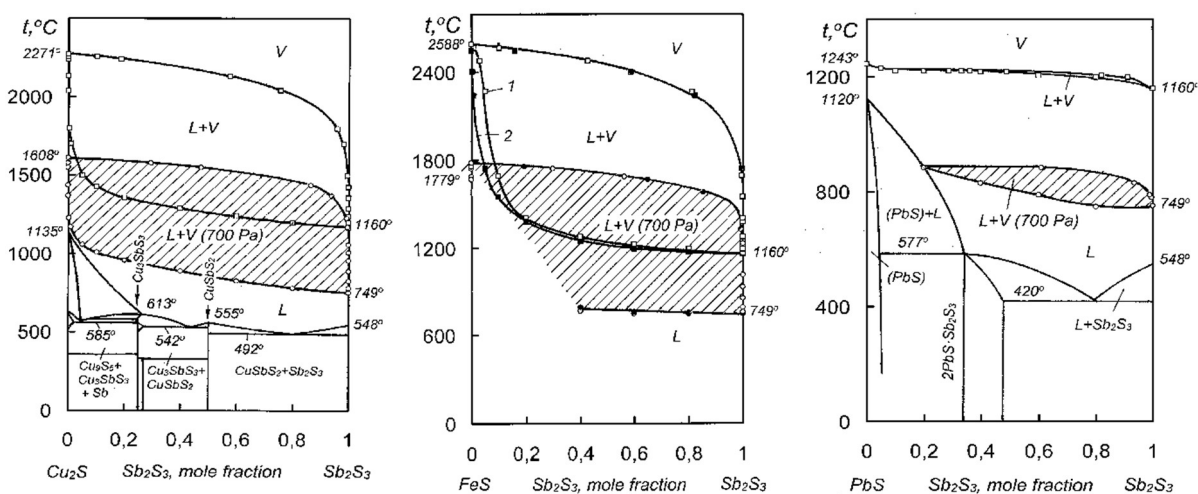


Рисунок 3. Диаграммы состояния двойных систем $\text{Cu}_2\text{S} - \text{Sb}_2\text{S}_3$, $\text{FeS} - \text{Sb}_2\text{S}_3$ и $\text{PbS} - \text{Sb}_2\text{S}_3$: 1 – наши данные; 2 – [4].

Форма границ области сосуществования жидких растворов $\text{Cu}_2\text{S} - \text{Sb}_2\text{S}_3$ и паровой фазы предполагает практически полное разделение системы на составляющие в вакууме. Следует ожидать практически полного выделения сульфида сурьмы в конденсат при дистилляции в вакууме. В системе $\text{FeS} - \text{Sb}_2\text{S}_3$ из-за отсутствия диаграммы состояния конденсированных фаз температуру кипения растворов при низком давлении рассчитывали до концентрации 40 мол. % (72,04 масс. %) Sb_2S_3 в сплаве, а состав паровой фазы – для растворов, температура кипения которых выше температуры плавления сульфида железа.

Положение границ поля сосуществования жидких растворов и паровой фазы в вакууме позволяет прогнозировать возможность практически полного разделения жидких растворов на составляющие их сульфиды. Возможные затруднения могут возникнуть в случае понижения температуры кипения растворов менее температуры ликвидуса, что может быть устранено повышением технологического давления.

На основании величин давления насыщенного пара и диссоциации халькогениды цинка и кадмия будут переведены в паровую фазу в полностью диссоциированном виде, висмута, индия и мышьяка – в виде соединений с халькогенами.

На основании положения границ парожидкостного равновесия в системах $\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{Sb}_2\text{Se}_3$, $\text{Sb}_2\text{S}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ и $\text{Sb}_2\text{Se}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ установлено, что в условиях дистилляционной переработки полиметаллических штейнов, осуществляемой при температурах 1100-1250 °С и разрежении 15 – 0,7 кПа, халькогениды сурьмы, а также растворы халькогенидов сурьмы будут полностью переведены в конденсат. Разделение халькогенидов сурьмы на отдельные соединения в процессе дистилляции не представляется возможным.

В результате испытаний вакуумной технологии переработки полиметаллических штейнов установлено, что цветные металлы – свинец, цинк более чем на 95-96 % переходят в сульфидный

конденсат. Халькогениды меди и железа, а, следовательно, селен и теллур, концентрируются в кубовом остатке практически полностью.

В результате процесса вакуумной дистилляции штейнов отражательной и сократительной плавки мышьяк, кадмий, висмут, индий и германий суммарно более, чем на 90 % извлекаются в конденсат и пыль циклона. Сурьма в сопоставимых количествах распределяется между кубовым остатком и сульфидным конденсатом. Причиной этому образование шпейзовой фазы.

При вакуум-дистилляционной переработке штейнов медного производства (совместно с 31,5 % штейна сократительной плавки) сурьма на 90,47 %, мышьяк – на 78,83 %, кадмий – на 98,72 % извлекаются в сульфидный порошкообразный конденсат и пыль.

Сурьма и висмут из штейнов сурьмяного производства преимущественно (90,76 % и 89,78 % соответственно) переходят в результате испарения сульфидов в конденсат и пыль циклона. Мышьяк в сопоставимых количествах распределяется между жидкой и паровой фазами.

3. Выводы

Таким образом, редкие элементы: селен и теллур в процессе вакуумной дистилляции штейнов концентрируются в виде селенидов и теллуридов меди и железа в кубовом остатке от дистилляции штейнов; кадмий, висмут, индий, германий – в сульфидном конденсате и пылях циклона; сурьма и мышьяк в штейнах свинцового и сурьмяного производства могут распределяться в сопоставимых количествах между расплавом и конденсатом вследствие образования шпейзовых соединений и частичного испарения сульфидов.

Следует отметить универсальность технологии извлечения летучих составляющих из сульфидных расплавов различного состава и разных производств.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант AP14869944).

Список литературы

- [1] Володин В Н и Исакова Р А 2015 *Дистилляционные процессы разделения сульфидных и металлических расплавов: теория и технология* Караганда, Tengri Ltd. 260 <https://doi.org/10.31643/2015-2019.003>.
- [2] Ильяшева Н А 1973 *Неорганические материалы***9(10)** 1677-9 .
- [3] Ибрагимов Е Т, Шендяпин А С, Нестеров В Н и Хобдабергенов Р Ж 1977 *Тр. Института металлургии и обогащения АН Каз ССР* **52** 61-5.
- [4] Yong Hack Lee and Kimio Itagaki 1986 *Trans.JIM* **27(12)** 987-95.
- [5] Володин В Н, Храпунов В Е, Исакова Р А, Шендяпин А С и Требухов С А 2010 *Вестник НАН РК* **3** 45-51.
- [6] Dong Zh, Li L, Xiong H, Liu G, Wang Y, Zhou Zh, Xu B and Yang B 2022 *Vacuum***20(7)** 111067 <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.111067>.
- [7] Nitsenko A, Volodin V, Linnik X, Burabaeva N and Tuleutai F 2023 *Metalurgija (Zagreb)***62(1)** 125-8. <https://hrcak.srce.hr/file/407986>.
- [8] Исакова Р А, Храпунов В Е и Володин В Н 2012 *Цветные металлы***10** 69-74 <https://www.rudmet.ru/journal/952/article/14939/>.

Анализ температурных условий в растущем покрытии и подложке в процессе реализации вакуумнодугового ионноплазменного (arc-PVD) метода

А В Черногор, Д С Белов*, А П Демиров и И В Блинков

Кафедра Функциональных Наносистем и Высокотемпературных Материалов (ФНСиВТМ), НИТУ МИСИС, 119049, 4 Ленинский пр-кт, Москва, Россия

E-mail: dm.blv@yandex.ru*

Аннотация. Методом математического моделирования определены температурные поля, реализующиеся по толщине подложки и покрытия, при вакуумно-дуговом методе осаждения за счёт тепла косвенного источника нагрева и энергии ионов, бомбардирующих покрываемый материал и растущее покрытие. Показано, что значения температур существенно превышают начально задаваемое косвенным нагревом. Их величины определяются энергией бомбардирующих ионов и теплофизическими свойствами материалов подложки и покрытия.

Метод arc-PVD нашёл широкое применение для нанесения покрытий разного функционального назначения, в том числе и для упрочнения инструментальных материалов [1, 2].

Одним из параметров, оказывающих влияние на структуру и состав покрытий, является температура подложки [3, 4, 5]. Этот параметр, как правило, задаётся с использованием косвенных источников тепловой энергии. Вместе с тем существенное влияние на температурные условия, реализующиеся в поверхностных слоях подложки и формирующегося покрытия, может оказать величина энергии потока плазмы, оцененная выражением:

$$E(U) = U * Z + (50 - 65) \text{эВ} \quad (1)$$

где Z – средний заряд частиц в плазменном потоке; U – электрический потенциал смещения, подаваемый на подложку; e – заряд электрона; $(50-60)$ эВ – начальная энергия иона в плазме, формируемой под воздействием вакуумной дуги, используемой для испарения катодов [6]. В работе определена та часть из поступающего в растущее покрытие Ti-Al-Ni-N на подложках из твёрдого сплава ВК6 и инструментальной стали У8Г потока энергии, которая расходуется на нагрев формируемого композита «покрытие-подложка» без учёта доли энергии, расходуемой на химические превращения и процессы структурообразования. Эта задача была выполнена с применением образцов свидетелей (термических меток), характеризующихся определёнными фазовыми превращениями (плавлением) при фиксированных значениях температуры.

В качестве них были использованы: сплав ПОС61 с температурой плавления ($T_{пл}$) 185 °С, олово ($T_{пл}$ 232 °С), висмут ($T_{пл}$ 271 °С), свинец ($T_{пл}$ 327 °С), цинк ($T_{пл}$ 420 °С), алюминий ($T_{пл}$ 660 °С). После нанесения покрытий на данные материалы с параметрами, соответствующими процессам осаждения исследуемых покрытий на твердосплавную и стальную подложки, наблюдалось оплавление поверхности всех образцов свидетелей за исключением алюминия.

Таким образом, мы можем сделать вывод о том, что температура подложек в процессе осаждения под действием потока ускоренных ионов лежит в интервале от 420 до 660 °С. Её значение для расчёта было принято усреднённым для этого интервала, равным 500 °С. Зная установившуюся в процессе осаждения температуру подложек, можно получить данные об тепловом потоке, определяемом её значением. Расчёт теплового потока, затрачиваемого на нагрев, формируемого композита бомбардировкой поверхности высоко заряженными частицами осуществлялся из предположения, что определённая из эксперимента с образцами сравнения стационарная температура устанавливается при тепловом равновесии энергии, пошедшей на

нагрев формируемого композита (Q_p) и энергии теряемой им в результате излучения (Q_b), радиационные потери являются доминирующими при типичном давлении в рабочей камере (0,1 – 0,01 Па). Зная площадь поверхности образца, его степень черноты и температуру, до которой он нагревается, расчётное значение мощности ионного потока составит $\sim 6,9 \cdot 10^8$ Вт, а плотность мощности $\sim 7,68 \cdot 10^{11}$ Вт/м².

Расчёт температур в материалах подложки и покрытия осуществлялся с использованием уравнения теплопроводности, для решения которого был использован метод компьютерного моделирования конечных объёмов. В основе метода лежит подход, связанный с разбиением области расчёта на непересекающиеся контрольные объёмы и узловые точки, в которых ищется решение. Узловые точки находятся в центрах контрольных объёмов. Также, как и для метода конечных разностей, для каждого элемента составляется уравнение, из которых формируется система линейных уравнений. Решая ее — находятся значения искомым переменных в узловых точках. Для отдельного элемента уравнение получается путем интегрирования исходного дифференциального уравнения по элементу и аппроксимации интегралов.

Суммарное расчётное время нагрева составляло 5400 сек, что соответствует времени процесса нанесения покрытий. Каждые 10 сек соответствовали осаждению слоя покрытия толщиной 6,5 нм. Общая толщина осаждённого покрытия составляла 3,5 мкм. Покрытие и подложка представлены в расчётах, как два отдельных массива конечных элементов, граничащих друг с другом одной гранью. Размер граней элементов покрытия составлял 0,5 нм, а подложки - 10 нм. Мощность плазменного потока, затрачиваемого на нагрев материала покрытия и основы, как указано выше, составляла $7,68 \cdot 10^{11}$ Вт/м². Решение уравнений тепловых потоков осуществлялся с шагом по времени равным 0,001 секунды. Величины физических свойств материалов покрытия и основы, используемые в расчётах, брались из литературных данных и были рассчитаны с использованием правила смесей (таблица 1).

Таблица 1. Физические свойства инструментальных субстратов и покрытий, используемые для расчёта температурных полей в композите «субстрат-покрытие».

Материал	Теплопроводность (λ), Вт/(м·К)	Теплоёмкость (C_p), Дж/(кг·К)	Плотность (ρ), г/см ³	Степень черноты (ϵ)	Температуропроводность (a), м ² /с
У8Г ^а	49 ^а	477,0	7,8	0,66 ^а	13
ВК6 ^б	80 ^б	175,9 ^б	14,6 ^б	0,52 ^б	32
Ti-Al-Ni-N	29	36,5	54,0	0,30 ^г	15

^а Новицкий Л.А., Кожевников И.Г. Теплофизические свойства материалов при низких температурах. Справочник. - М.: "Машиностроение". 1975. С. 216

^б Альмов М.И., Левинский Ю.В. Металлические порошки и порошковые материалы Справочник. – М.: «Научный мир». 2018. С. 375; Панов В.С., Чувилин А.М. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. Учебное пособие для вузов.-М.:МИСиС-2002 г. 2001. С. 391

^в Самсонов Г.В. Нитриды. – Киев.: «Наукова Думка». 1969. С. 435

^г К. Valleti et al Functional multi-layer nitride coatings for high temperature solar selective applications // Solar Energy Materials & Solar Cells. 2014. V. 121. pp. 14 - 21

На рисунках представлены результаты расчётов температурных полей в композитах «подложка-покрытие Ti-Al-Ni-N» при различной толщине осажденного слоя покрытия при начальных температурах подложки 273 и 673 К.

Видно, что для подложек из стали У8Г, на которые осаждается покрытие при 273 К (рисунок 1(а)), при толщине покрытия 0,5 мкм происходит резкий нагрев подложки, при этом температура на границе раздела составляет 880 К при усредненной температуре подложки 490 К.

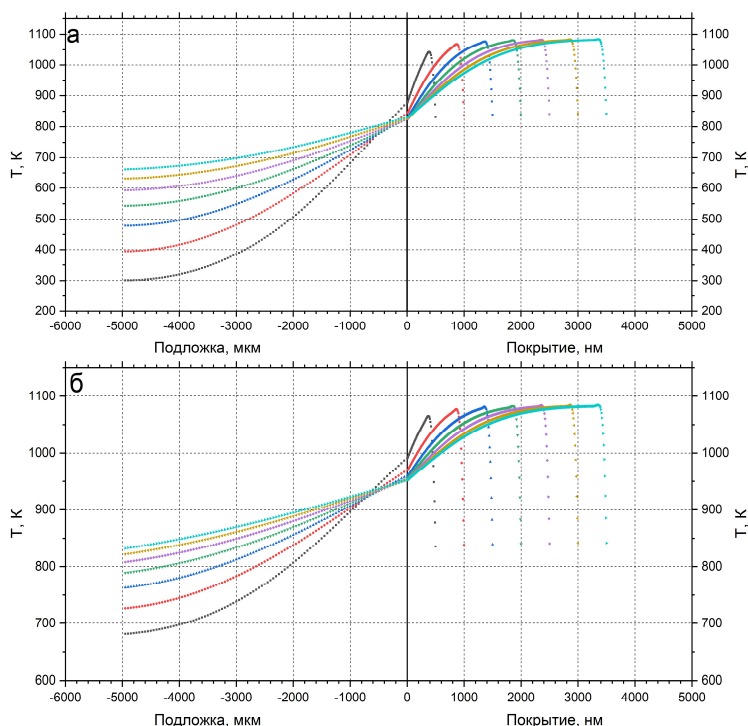


Рисунок 1. Распределение температурных полей в композите «подложка сталь У8 — покрытие Ti-Al-Ni-N», сформированном при начальной температуре подложки 293К (а) и 693К (б)

Наибольшему нагреву подвергается приповерхностная область подложки, а температура с теневой стороны соответствует комнатной. Температурный градиент в самом покрытии характеризуется одним максимумом: от границы раздела до 400 нм температура увеличивается по линейной зависимости с 880К до 1050К, затем резко падает до 820 К на поверхности покрытия. Резкое снижение температуры в приповерхностных слоях (от 400 до 500 нм) связано с охлаждением данной области покрытия за счёт радиационного излучения. По мере увеличения толщины покрытия до 1 мкм температура на границе раздела снижается до 835К и в дальнейшем практически не изменяется. Средняя температура подложки постепенно повышается до 680 К и выравнивается температурный градиент. Для покрытия же характерна средняя температура порядка 980 К. При косвенном нагреве до 673К (рисунок 1(б)) температура на границе раздела по мере роста покрытия выравнивается до 960 К, а подложка прогревается до 850 К.

Для композита «подложка ВК6 — покрытие Ti-Al-Ni-N», характерная картина распределения температурных полей в подложке и покрытии сохраняется (рисунок 2). При этом следует отметить, что в подложке ВК6 при ионной бомбардировке реализуется меньший градиент температур и покрытие нагревается до меньшей температуры.

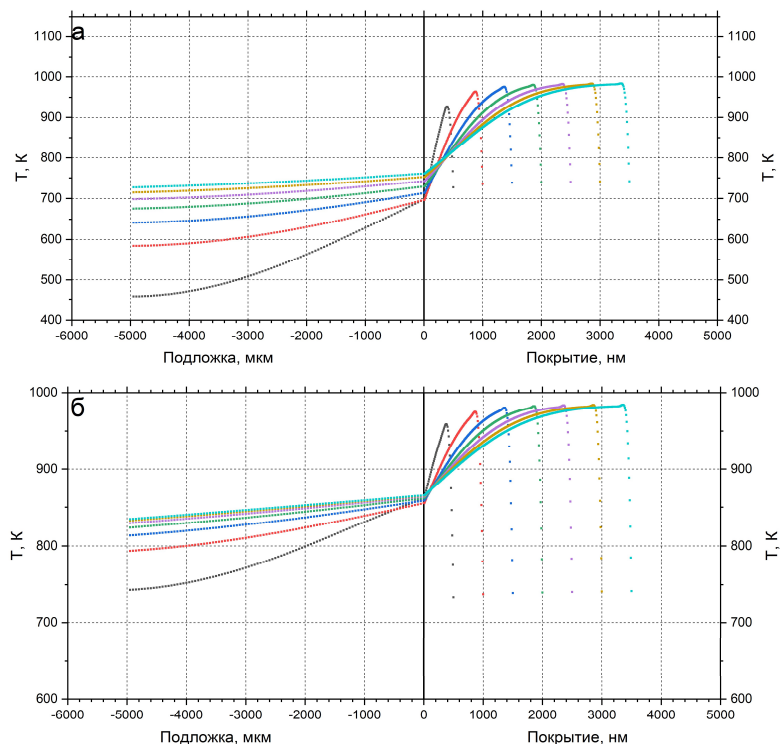


Рисунок 2. Распределение температурных полей в композите «подложка ВК6 — покрытие Ti-Al-Ni-N», сформированном при начальной температуре подложки 293K (а) и 693K (б)

Это связано с большей теплопроводностью материала данной подложки.

Полученные результаты свидетельствуют, что ионный поток при реализации вакуумнодугового ионноплазменного (arc-PVD) метода нанесения покрытий приводит к значительному росту температуры формируемого покрытия и подложки по сравнению с начально задаваемым значением, реализуемым с использованием косвенного нагрева. При этом температурные поля, возникающие в растущем покрытии и подложке, определяются их теплофизическими свойствами. Данный эффект необходимо учитывать при анализе явлений структуро-и фазобразования в формируемых покрытиях

Благодарности

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 19-19-00555, <https://rscf.ru/project/19-19-00555>

Список литературы

- [1] Belov D S, Blinkov I V, Volkhonskii A O 2014 Surface and Coatings Technology 260186–97
- [2] Volkhonsky A O, Vereshchaka A A, Blinkov I V, Vereshchaka A S, Batako A D 2016 The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 841647–60
- [3] Movchan B A, Demchishin A V 1969 Physic of Metals and Metallography 28653–60
- [4] Thornton J A 1974 Journal of Vacuum Science and Technology 11666–70
- [5] Kumar M, Mitra R 20117 Thin Solid Films 62470–82
- [6] Барвинок В А, Богданович В И 1999 Физические основы и математическое моделирование процессов вакуумного ионно-плазменного напыления. М.: Машиностроение

Разработка исследовательского CVD оборудования

О Ю Гончаров^{1,2} и Л Х Балдаев³

¹Удмуртский Федеральный исследовательский центр УрО РАН, Ижевск,

²ООО «НПО «Защитные покрытия», Москва,

³ООО «ТСЗП», Москва

Email: olyug@ya.ru

Аннотация. Рассмотрено применение CVD и потребности в разработке исследовательского CVD-оборудования.

1. Развитие CVD технологий

CVD-технологии активно развивались последние 50 лет и в настоящее время нашли широкое применение, что обусловлено следующими особенностями CVD:

- 1) получение высокоплотных материалов, например, для тугоплавких, композитных или керамических материалов, которые сложно отлить в формы (TaC, HfC, WC, HfB₂, MoSi₂, SiC и т.д.),
- 2) получение пленок или покрытий равномерной толщины на поверхности деталей сложной формы, а также во внутренних полостях,
- 3) получение структур с воспроизводимыми и контролируемыми свойствами,
- 4) поддержание высокой концентрации реагентов, что позволяет достичь относительно высокой скорости роста по сравнению с физическими «вакуумными» методами осаждения покрытий.

В 2020 году объём мирового рынка продаж в области химического осаждения из паровой фазы оценивался в \$26,2 млрд долларов США и, как ожидается, достигнет \$51,02 млрд долларов США к 2027 году [1]. 40% рынка CVD находится в Азии, 30% в северной Америке и 20% – европейский рынок. Только в европейских странах в отраслях, связанных с газофазным осаждением, задействовано более 500 тыс. человек [2]. Рост и структура рынка CVD показаны на примере роста доходов США (примерно на 7,7% в год) (рисунок 1). Как видно из рисунка самую большую долю составляют затраты на CVD-оборудование.

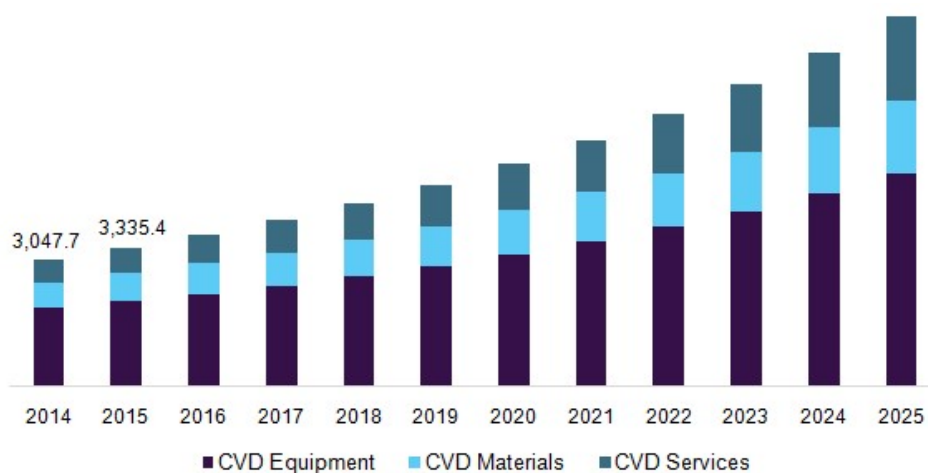


Рисунок 1. Динамика и прогноз до 2025 года для США - доходы, по категориям (USD Million).

Наиболее известными разработчиками CVD являются такие крупные компании, как: «Oxford Instruments Plasma Technology» (Великобритания), «Alcatel Micro Machining Systems» (Франция), «Applied Materials», «Mattson», «CVD Equipment Corporation» (США), «Hitachi» и TEL (Япония), Veeco Instruments, Aixtron SE, ASM International NV, Plasma-Therm, AkzoNobel NV (Нидерланды), Weilburger Coatings GmbH (Германия), IHI Ionbond/Bernex (Швейцария) и т.д.

Основные области применения CVD-покрытий:

- компоненты микроэлектроники, устройства хранения данных, солнечные батареи – это самый крупный сегмент рынка CVD с общей долей более 16%,
- режущие инструменты,
- медицинское оборудование,
- защитные покрытия и некоторые другие приложения.

Распространенные варианты организации процесса парофазного осаждения представлены на рисунке 2 [3]. Для осаждения используются реакторы с замкнутым объемом (например, для цементации, алитирования, хромирования и т. д.) и реакторы с непрерывной подачей реагентов, либо с непрерывно-циклической подачей (вариант ALD – Atomic Layer Deposition). В реакторах используется атмосферное давление APCVD (atmospheric pressure CVD) или пониженное давление LPCVD (low pressure CVD). Подвод реагентов в реактор может быть из одного источника (как правило, MOCVD – металлоорганические реагенты с невысокими температурами осаждения), или по нескольким разным каналам. Взаимодействие реагентов инициируют повышением температуры (Thermal CVD), а также с помощью плазмы (PECVD), УФ- и ИК-излучением, лазерным воздействием.

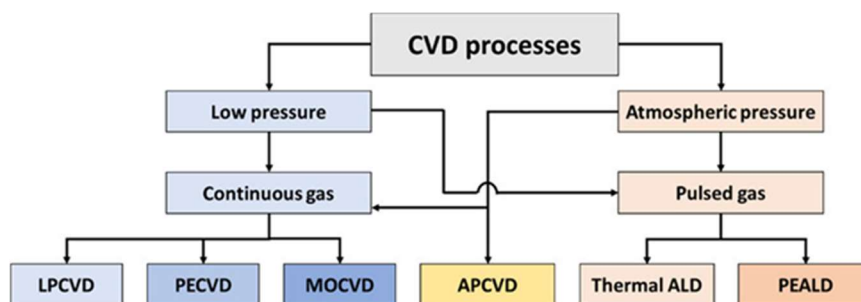


Рисунок 2. Основные виды организации CVD процессов [Ошибка! Значок не определен].

2. CVD разработки и исследования процессов в России

В России проводятся разработки некоторых видов CVD-процессов и синтез необходимых реагентов для них, а также собирается оборудование под конкретные задачи, в основном, в следующих организациях: ИФХиЭ РАН, МГТУ им. Н. Э. Баумана, ИНХ СО РАН, ИФП СО РАН, НИИ Точного Машиностроения, ВИАМ.

Большая часть CVD оборудования для проведения исследований в России импортируется, либо собирается из импортных комплектующих. Используется продукция таких компаний, как, например, финские Veneq и Picosun (ALD R-200), американские SEOCAL Inc. (AX5250), CVD Equipment (рисунок 3, EasyTube 3000, представитель ГК «Криосистемы»), французская ANNEALSYS (SprayCVD представитель - компания «Энергоавангард»), британская NHV LTD (представитель – MSH Techno).

Имеющиеся российские разработки в области CVD направлены, прежде всего, на потребности микроэлектроники по обработке пластин больших диаметров. Так, в НИИ Точного Машиностроения разработаны установки газофазного осаждения серий ИЗОФАЗ ТМ 01, ИЗОПЛАЗ ТМ, ИЗОТРОН ТМ для осаждения покрытий на пластины диаметром до 100 мм. ИЗОФАЗ ТМ 01 и ИЗОПЛАЗ ТМ ориентированы на плазмохимическое осаждение пленок диэлектрических материалов при температурах до 500°C. ИЗОТРОН ТМ (рисунок 4) используется для осаждения покрытий при пониженных давлениях с термической активацией до

900°C. С 2021 года разработки оборудования для нанесения функциональных нанопокровтий по технологии ALD начали проводиться, также, на Ботлихском радиозаводе совместно с Санкт-Петербургским государственным техническим университетом.

Для создания защитных CVD покрытий диффузионного и конденсационного типа разрабатывались, как правило, установки под конкретные задачи. Например, при участии АО «НПЦ газотурбостроения «Салют» были разработаны [4] установки УМДП, ДА-2М, УПЛ-1, применяющиеся для нанесения покрытий на лопатки и другие детали газовых турбин. Аналогичные установки (рисунок 5) для получения покрытий (TiC, TiCN, Al₂O₃ и др.) на режущих и формовочных инструментах (пуансоны, обрезные матрицы...), механические компоненты, подверженные воздействию абразивных или агрессивных сред закупаются за рубежом, например, установка Vernex BPX Pro 530L для Кировоградского завода твердых сплавов.



Рисунок 3.
ИЗОТРОН ТМ.



Рисунок 4. ET 3000 для синтеза наноматериалов и пленок.

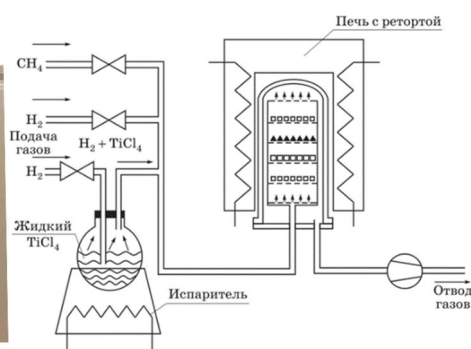


Рисунок 5. Схема установки для осаждения покрытий TaC.

3. Конструктивные особенности CVD-установок на примере ET3000

Современные CVD-установки могут включать в себя различные функциональные блоки. Например, имеющаяся в ООО ТСЗП установка EasyTube 3000 (CVD Equipment) содержит:

Блок подготовки газов, который используется для подачи инертных газов-носителей He, Ar, N₂ а также любых рабочих газов кислород, водород, силан, аммиак, метан и прочие, а также обеспечивает управление объемным расходом газов, которые подаются в реактор.

Блоки дозирования реагентов, обеспечивающие управляемое дозирование реагентов с определенной концентрацией и смешение реагентов с газом-носителем. Для испарения жидких прекурсоров используются барботеры (рисунок 6, а). Для твердых реагентов имеется два источника с нагревом до 400°C.

Реактор (рисунок 6, б) для осаждения покрытий представляет собой кварцевую горизонтальную трубу с печью для поддержания температуры в реакторе до 1200°C. Допустимые размеры подложек для нанесения покрытий до 70x50 мм. Возможна активация реагентов источником радиочастотной плазмы, установленном на входе реактора для снижения температуры.



Рисунок 6. Блоки установка химического осаждения паров (CVD) серии EasyTube 3000.

Блок утилизации и газов для окисления, нейтрализации и охлаждения отходящих газов. Совмещен с вакуумной системой для поддержки рабочего давления в реакторе до 100 торр.

Работу установки обеспечивают системы **энергоснабжения** (мощность около 20 кВт), **охлаждения** (тоководов, газовых линий, генератора плазмы, газоочистки и вакуумных насосов) и **автоматизированного управления** (рисунок 6, в).

4. Требования к современному CVD-оборудованию

Для более широкого внедрения CVD – технологий в России актуальной задачей является разработка и создание относительно недорогих модульных исследовательских и мелкосерийных CVD установок, которые имеют следующие особенности:

1) Компонировка из стандартных унифицированных блоков и модулей, состоящих, в основном, из российских комплектующих. Возможность использования отдельных блоков и модулей не только в CVD оборудовании, но и в других производственных процессах.

2) Многофункциональность, то есть возможность применения установки для проведения различных видов CVD (MOCVD, LPCVD, ALD, APCVD, Thermal CVD, PECVD).

3) Обеспечение многоисточниковой подачи реагентов для управляемого получения многослойных и композитных покрытий.

4) Управление современным программным обеспечением с визуализацией процессов.

Стандартизация, унификация и переносимость отдельных блоков позволят существенно снизить стоимость CVD оборудования, обеспечат возможность его масштабирования и использования в производственных CVD-процессах, а также в смежных областях.

5. Разработанные исследовательские CVD-установки

После изучения имеющихся CVD-установок (п.3) и определения общих требований к CVD-установкам (п.4), был сформирован оптимальный состав модулей (рисунок 7) установки ЭУ-ЛП:



Рисунок 7. Модули CVD установки серии ЭУ – ЛП.

1) Модуль подготовки газов с селективной очисткой газов от кислорода, воды и углеводородов и с регуляторами расхода газов (на четыре канала).

2) Модули дозаторов-испарителей собственной конструкции (рисунок 8, а) термостатированных для температур от -10 до 90°C и система циркуляционного охлаждения термостатов.

3) Вертикальный реакторный модуль с верхней подачей реагентов из блока с двумя высокоточными дозаторами-испарителями твердых реагентов (до температур 450°C, рисунок 8, б). Смешивание реагентов в реакторе проводится с помощью специального сопла на заданном расстоянии от образца. Реакционное пространство может быть нагрето с помощью резистивного или индукционного нагрева до температур 1200°C. Реактор может работать в режиме работы с холодными стенками и нагревании образца индуктором через кварцевую трубку, а также в режиме с горячими стенками, когда стальная трубка нагревается резистивным нагревателем или индуктором. Габариты реакционной зоны реактора позволяют размещать образцы диаметром до 40 мм и высотой до 50 мм. Процессы в реакторе могут проводиться при атмосферном или пониженном давлении. Для LPCVD дополнительно можно установить источник плазмы (RF).

4) Модуль энергоснабжения и автоматизированного управления с встроенным сенсорным управлением и удаленным управлением с компьютера. Разработано программное обеспечение (в SCADA системе) для визуального управления процессами.

5) Модуль переработки выходящих реагентов и газов вместе с вакуумной системой, поддерживающей рабочее давление во время проведения осаждения покрытий и герметизацию установки в выключенном состоянии.

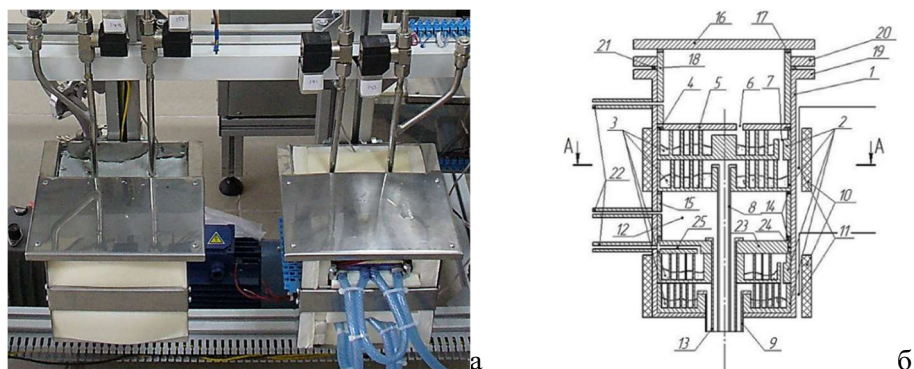


Рисунок 8. Дозаторы-испарители установки ЭУ – ЛП: выносные термостатированные модули для жидких реагентов (а) и реакторные модули для твердых реагентов (б).

6. Особенности установок серии ЭУ

Разработанная установка ЭУ – ЛП соответствует всем характеристикам, которые были заданы в п.4. На базе имеющегося набора модулей нами были разработаны установки для осаждения покрытий на внутренние поверхности труб (ЭУ-ЛТ) и на изделия сложной формы (ЭУ-ЛС). Для этого были разработаны соответствующие реакторы, что потребовало минимальной адаптации модулей установки ЭУ-ЛП для работы с реакторами.

Все разработанные установки многофункциональны, то есть, позволяют проводить различные виды CVD (MOCVD, LPCVD, ALD, APCVD, Thermal CVD, PECVD), управляются современным программным обеспечением с визуализацией процессов в системах CodeSys и MasterScada.

Работа установок оптимизировалась для использования в качестве прекурсоров металлоорганики, галогенидов, карбониллов, водорода и металлов-восстановителей, позволяющих заменить водород для предотвращения водородного охрупчивания материалов.

В любой из созданных установок можно масштабировать имеющиеся реакторы под мелкосерийную обработку деталей без замены остальных модулей системы.

На установках получены слои покрытий на основе тантала – α -тантал и β -тантал, карбид тантала, молибдена, аморфного кремния, силицидов молибдена. Для всех покрытий, кроме кремния и силицидов, использовалась безводородная низкотемпературная методика осаждения.

Список литературы

- [1] Chemical Vapor Deposition (CVD) Market Analysis 2021 – 2027 // GVR-1-68038-997-5. Report Code:1050.
- [2] Fuentes G G, Almandoz E, Rodríguez R J, et al 2014 Manufacturing Rev. 20 1-17.
- [3] Mariana F, Rodrigo P 2020 Micromachines 11(9) 799.
- [4] Шкретов Ю П, Викулина Л М, Терехин А М 2009 Упрочняющие технологии и покрытия 10 50-56.

Фото- и радиационно-индуцированный катализ с применением наночастиц Fe_xO_y

S Yu Sokovnin^{1,2}, A S Gerasimov^{1,2} and M E Balezin¹

¹Institute of Electrophysics of UB RAS, 620016, Yekaterinburg, Russia

²Ural Federal University, 620002, Yekaterinburg, Russia

E-mail: sokovnin@iep.uran.ru

Аннотация. В работе проведен анализ каталитических способностей к разложению органического красителя наночастиц (НЧ) оксида железа Fe_xO_y , отожженных при различных температурах. Для инициирования реакций использовалось оптическое и импульсное тормозное излучение. Результаты исследования показали значительный рост активности для радиационно-индуцированного катализа. Отмечается, что активность исследуемых образцов сравнима с активностью коммерческого образца НЧ оксида титана TiO_2 P25 компании Degussa.

1. Вступление

Органические химикаты, используемые в текстильной, фармацевтической и других отраслях промышленности могут наносить вред человеку, животным и окружающей среде в целом [1]. Растворенные в сточных водах на заводах или при бытовом применении химикаты должны быть удалены перед сбросом в окружающую среду. Такие загрязнители могут также содержаться в грунтовых и поверхностных водах, которые требуют очистки для достижения приемлемого качества сбросных вод в открытые водоемы.

Существует множество способов очистки воды от органических загрязнителей, в том числе технологии с применением ультрафиолетового (УФ) [2] и ионизирующего излучения (ИИ) [3]. В настоящее время для этих целей ведется поиск перспективных катализаторов – веществ, способных ускорить и улучшить качество существующих технологий очистки воды. В качестве таких соединений наночастицы (НЧ) оксидов металлов представляют наибольший интерес.

В данной работе проведен сравнительный анализ катализирующей способности НЧ оксида железа Fe_xO_y , отожженного при различных температурах, при воздействии фотонами УФ спектра (фотокатализ) и импульсного тормозного излучения (радиолиз).

2. Катализирующее действие наночастиц

Фотокатализ (ФК) – ускорение химических реакций, обусловленное совместным действием катализатора и светового излучения. В основе ФК [2] лежит фотоиндуцированная генерация свободных носителей заряда - электронов и дырок, и последующее образование химически-активных соединений кислорода и гидроксильных групп (рисунок 1). Электрон и дырка – подвижные образования, часть из них, двигаясь в частице полупроводника рекомбинирует, а часть – выходит на поверхность, где может вступать в окислительно-восстановительные реакции или захватываться поверхностными дефектами.

Использование НЧ в качестве фотокатализаторов имеет ряд преимуществ. Во-первых, в отличие от объемных веществ, наноразмерные соединения обладают большей удельной поверхностью. Это обеспечивает увеличение реакционных актов на единицу массы катализатора, что ускоряет процесс фоторазложения. Во-вторых, при снижении размера частицы увеличивается ширина запрещенной зоны, что приводит к росту потенциалов фотогенерированных зарядов и снижению скорости рекомбинации носителей [4]. Также для НЧ

характерно наличие структурных и поверхностных дефектов, а также ускоренная диффузия свободных носителей зарядов к поверхности частицы.

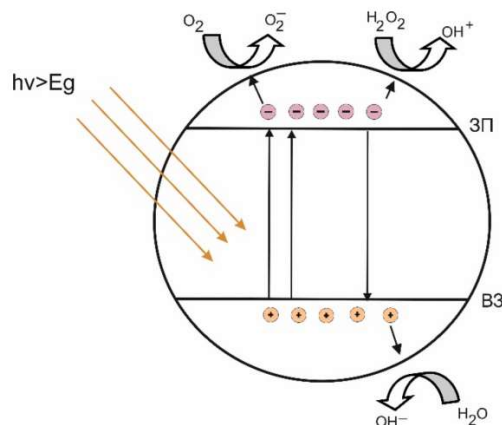


Рисунок 1. Принципиальная схема фотокатализа.

Радиационно-индуцированный катализ, помимо вышеописанных особенностей взаимодействия электромагнитного излучения с катализаторами, характеризуется дополнительными эффектами. Прежде всего, энергия фотонов гамма-излучения гораздо больше, чем для фотонов УФ спектра. Это приводит к образованию значительного количества свободных радикалов во всем объеме облучаемого объекта и разрушению химических загрязнителей. Кроме того, при взаимодействии низкоэнергетичных фотонов с тяжелыми атомами НЧ образуется вторичное сильно ионизирующее излучение.

3. Характеристика наночастиц

НЧ Fe_xO_y были получены радиационно-химическим методом, описанном ранее [5]. В качестве прекурсора были использованы моноклинные кристаллы гептагидрата сульфата железа (II) марки “ХЧ”, ГОСТ 4148-78. Источником электронов служил импульсно-периодический наносекундный ускоритель электронов УРТ-0,5М (энергия электронов 0,5 МэВ, длительность импульса 50 нс, ток электронного пучка около 300 А) [6]. Частота работы ускорителя составляла 10 Гц, время облучения – 2700 с, а доза облучения – 2,317 МГр.

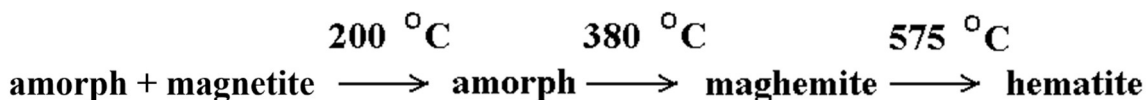


Рисунок 2. Фазовые превращения оксида железа при отжиге.

Далее был произведен отжиг исходных НЧ Fe_xO_y (S0) на воздухе [7]. Известно [8], что фазовая трансформация оксида железа при нагревании на воздухе идет по схеме: магнетит-маггемит-гематит (рисунок 2). Температуры отжига НЧ составили 100, 500, 575 °С (далее обозначены: S100, S500, S575). Параметры полученных НЧ приведены в таблице 1.

Для исследований каталитической активности важной характеристикой образцов является ширина запрещенной зоны. В случае НЧ оксида железа данный параметр сильно зависит от метода получения и фазы, в которой находится наноксид. Согласно литературным данным [9], НЧ Fe_xO_y характеризуются узкой запрещенной зоной порядка 2–2,3 eV. В качестве модельного катализатора был использован образец НЧ коммерческого оксида титана P25 компании Degussa [10]. Дополнительно была оценена каталитическая активность микронного порошка Fe_2O_3 .

Таблица 1.Текстурные характеристики НЧ Fe_xO_y [7].

Образец	Удельная поверхность (m^2/g)	Размер пор (нм)	Объем пор (cm^3/g)
S0	21.0	17.7	0.040
S100	4.57	39.5	0.014
S500	7.9	28.9	0.039
S575	36.8	17.6	0.15

4. Методика исследования каталитической активности

В ходе работы были подготовлены образцы водных суспензий НЧ Fe_xO_y отожжённого при различных температурах (S0, S100, S500, S575), а также микронного Fe_2O_3 и НЧ TiO_2P25 в концентрации 300 мкг/мл. Затем в образцы был добавлен краситель метиловый фиолетовый (МФ), который выступал в качестве имитатора загрязнителя. Концентрация красителя составила 10 мкг/мл. Контрольный образец (К) не содержал НЧ.

Для исследования фотокаталитической активности (ФКА) в качестве источника излучения использовалась ртутная лампа с дуговым разрядом ДРТ-400 (400 Вт), ТУ 16-90 ИФМР.675610.002. В случае радиолитиза – ускоритель УРТ 0,5М [6]. Для получения тормозного излучения был использован конвектор из низкоуглеродистой стали толщиной 1 мм. Поглощенная доза была предварительно измерена при помощи дозиметра ИД-1 ($\Delta \pm 10\%$) и рассчитывалась из мощности дозы 0,1мГр/с. Все образцы суспензий были помещены в кварцевые кюветы объемом 3 мл и облучены в течение 30 мин. После каждых 5 минут облучения измерялся спектр оптической плотности (ОП) в диапазоне длин волн 500–700 нм на спектрофотометре СФ-2000. Пик ОП был зарегистрирован при длине волны 584 нм.

По полученным данным строились зависимости относительной ОП от времени воздействия излучения. Погрешность экспериментов по определению фото- и радиационно-индуцированной каталитической активности составила 6,3 и 9,2% соответственно.

5. Результаты и обсуждение

Разложение органического красителя с течением времени воздействия излучения может быть описано линейным уравнением $y=k*x$. Коэффициент k описывает скорость обесцвечивания: чем он больше, тем эффективнее работает катализатор. С целью определения коэффициента k и сравнения результатов провели линейную аппроксимацию полученных данных для образцов оксида железа (рисунок 3) и оксида титана (рисунок 4).

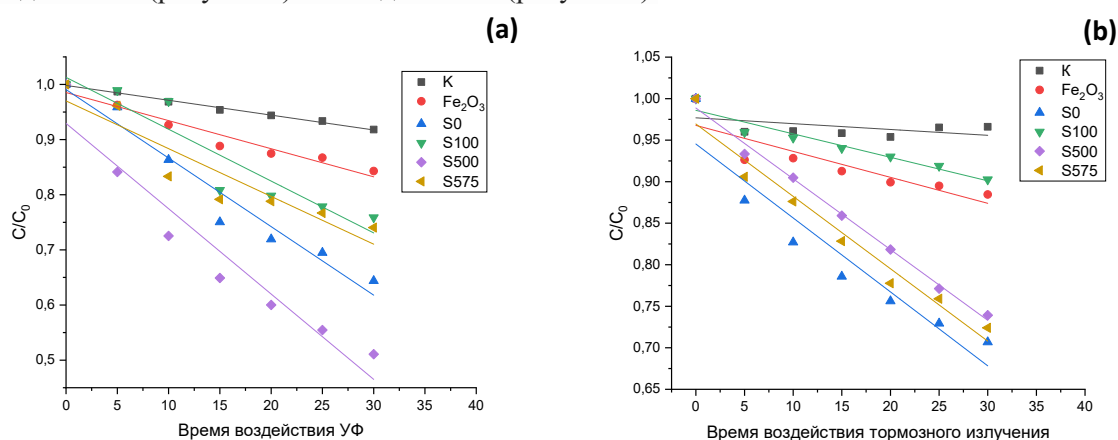


Рисунок 3. Зависимость относительной оптической плотности от времени воздействия УФ (а) и тормозного (б) излучения образцов Fe_xO_y .

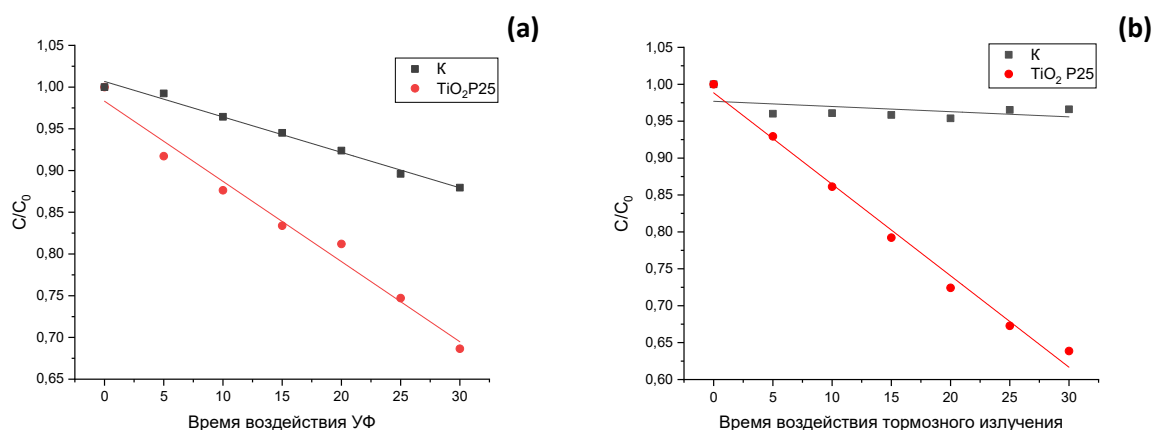


Рисунок 4. Зависимость относительной оптической плотности от времени воздействия УФ(а) и тормозного (б) излучения образца $TiO_2 P25$.

По полученным данным можно отметить, что все образцы проявили каталитическую активность вне зависимости от вида воздействия. По рисунку 3 можно отметить, что наибольшую ФКА среди образцов оксида железа проявил образец S500. В то же время в случае воздействия тормозным излучением можно выделить образцы S0, S500, S575, радиолитические способности которых оказались примерно одинаковы. При этом каталитическая активность микронного образца оказалась наименьшей в обоих экспериментах.

Отметим, что разложение контрольных образцов сильно различается в зависимости от источника излучения. Попробуем установить разницу воздействия того или иного источника, через передаваемую энергию в единицу времени. Так, для УФ лампы значение светового потока составляет 39 Вт. Площадь поверхности кюветы составляет 1 см^2 , а значит можно вычислить энергию воздействия УФ излучения $-3,9 \text{ мДж/с}$. Для определения энергии, передаваемой импульсным тормозным излучением, воспользуемся определением поглощенной дозы, которая равна отношению поглощенной объектом энергии к единице массы. В нашем случае, для образцов массой $\sim 3 \text{ г}$, передаваемая энергия равна $0,3 \text{ мДж/с}$. Таким образом, в представленном эксперименте затраты энергии на проведение фотокаталитических реакций в 13 раз больше.

Для количественного анализа полученных данных приведем значения тангенса наклона аппроксимированных прямых. В таблице 2 приведены полученные коэффициенты k и проведено сравнение с контрольными значениями.

Результаты исследования показывают наибольшее ускорение фоторазложения в 5,75 раз для образца S500. При воздействии импульсного тормозного излучения – ускорение разложения МФ в 12,68 раз для неотоженного образца Fe_xO_y . При этом каталитическая активность исследуемых образцов оксида железа сравнима с коммерческим фотокатализатором P25.

Анализируя приведенные в таблице 2 данные, можно сделать вывод, что радиационно-индуцированный катализ в 2–3 раза эффективнее фоторазложения. При этом необходимо учитывать, что затраты энергии на возбуждение радиолитических реакций на порядок меньше. Суммируя все вышеперечисленное, можно сказать, что обнаруженный эффект открывает новые перспективы для повышения эффективности радиационной технологии очистки воды, основанные на радиационно-индуцированном катализе с использованием НЧ оксида железа.

Таблица 2. Значения коэффициента k исследуемых образцов.

Образец	Фотокатализ		Радиолитиз	
	Абсолютное значение $\cdot 10^3$	Приведенное к контролю	Абсолютное значение $\cdot 10^3$	Приведенное к контролю

Контроль	2,69	1,00	0,70	1,00
Fe ₂ O ₃ (микро)	5,10	1,90	3,13	4,46
S0	12,43	4,62	8,90	12,68
Fe _x O _y S100	9,40	3,49	2,83	4,03
S500	15,47	5,75	8,52	12,14
S575	8,66	3,22	8,71	12,41
Контроль	4,25	1,00	0,70	1,00
TiO ₂ P25	9,61	2,26	12,39	17,65

5. Заключение

Таким образом, проведено сравнение каталитических способностей образцов НЧ оксида железа в зависимости от типа инициирующей реакцию воздействия. Показаны преимущества радиационно-индуцированного катализа, заключающиеся в большей энергоэффективности и увеличенной каталитической активности образцов.

Отметим, что способность к фоторазложению МФ образцов Fe_xO_y оказалась больше, чем у TiO₂ P25, а при воздействии ИИИ сравнимое. Отметим, что оксид железа является доступным, нетоксичным материалом, что делает данное соединение перспективным для применения в рассматриваемых технологиях очистки воды.

Благодарности

Исследование выполнено при частичном финансировании гранта РФФИ № 22-19-00239.

Список литературы

- [1] Saravanan A et al. Chemosphere 2021 280 130595.
- [2] Ameta R et al. 2018 Advanced oxidation processes for wastewater treatment Academic Press Elsevier NY 135-75 ISBN: 978-0-12-810499-6.
- [3] Shaoqing Y, Jun H, Jianlong W 2010 Radiat. Phys. Chem. 7910 1039-46.
- [4] Stroyuk A L et al. Theoretical and Experimental Chemistry 41207-28.
- [5] Balezin M E, Sokovnin S Yu, Uimin M A 2021 J. Phys.: Conf. Ser. 20641 012086.
- [6] Kotov Y A, Sokovnin S Yu, Balezin M E 2000 Instrum. Exper. Techn. 43 102-5.
- [7] Ilves V G et al. 2023 Ceram. Int. (в печати).
- [8] Gallagher P K et al. 1979 J. of Chem. Phys. 71 830.
- [9] Foowut S et al. 2014 Advanced Materials Research 1025645-50.
- [10] Hurum D C et al. 2003 J. of Phys. Chem. B. 1071949.

Влияние постоянного магнитного поля на фотолюминесценцию нанофторидов бария и кальция

С Ю Соковнин^{1,2}, В Г Ильвес¹, М.Г. Зуев³

¹ Институт электрофизики УрО РАН, 620016, Екатеринбург

² Уральский федеральный университет, 620002, Екатеринбург

³ Институт химии твердого тела УрО РАН, Екатеринбург

E-mail: sokovnin@ier.uran.ru

Аннотация. Впервые установлено, что наложение постоянного магнитного поля приводило к сдвигу пиков в спектрах фотолюминесценции нанопорошков CaF_2 и BaF_2 . Диапазоны смещения пиков в красную область спектра зависели от величины магнитного поля. В результате взаимодействия собственного магнитного поля нанофторидов, вызванного структурными дефектами НП, с внешним магнитным полем происходит трансформация пиков. Деконволюция спектров позволила обнаружить разложение первого пика обоих нанофлюоридов на квадруплет, а второго на дуплет при величине магнитного поля 0,1 Т. При увеличении магнитного поля квадруплет первого пика исчезает, а дуплет второго существенно отличается для ферромагнитного CaF_2 и параферромагнитного BaF_2 . Кроме того, спектры обоих нанофторидов содержат пик при 616 nm, который не наблюдается в поле 0.1 Т и появляется в поле 0.15 Т, и вероятно обусловлен центром окраски.

Нанопорошки (НП) полученные методом испарения импульсным электронным пучком в вакууме (РЕВЕ) обладают уникальными свойствами, связанными с размерным фактором, а также наличием других особенностей внутреннего строения, прежде всего с дефектностью состава, структуры и формы [1]. Морфологически они состоят из частиц небольшого размера (5-10 nm), которые соединены в трехмерные структуры-агломераты (20-600 nm) с фрактальным строением. НП обычно имеют многофазный состав, в том числе включают редко встречающиеся фазы в НП, полученных другими методами, при этом наночастицы часто имеют кристаллическое ядро и аморфную оболочку. Агломераты содержат межчастичные поры различного размера, в основном мезопоры (2-50 nm), в которых задерживаются адсорбированные газы, которые удаляются при нагреве до достаточно высоких температур (400 °С) или вакуумировании. НП часто имеют сильное нарушение стехиометрии, обычно, избыток металла в оксидах или фторидах. Наличие ферромагнетизма при комнатной температуре, связанного с дефектной структурой НП, в том числе d0 магнетизма немагнитных в объемном состоянии оксидов и фторидов.

Отмеченные особенности НП, полученных методом РЕВЕ, и определяют их уникальные физико-химические и биологические свойства, среди которых можно отметить впервые установленные сдвиги максимумов пиков (λ_{max}) в спектрах фотолюминесценции (ФЛ) при наложении постоянного магнитного поля для НП оксидов алюминия и церия [2]. Экспериментально установлено, что происходит смещение максимумов пиков ФЛ для НП Al_2O_3 - в желтую, а CeO_2 - в красную области видимого спектра на 14 и 50 nm соответственно. При этом сдвиги пиков ФЛ направлены в противоположные стороны, что позволяет исключить возможность систематической погрешности при измерении. Причина обнаруженного эффекта не известна, в работе [2] высказана гипотеза, что сдвиг максимумов является следствием взаимодействия постоянного магнитного поля с магнитными моментами наночастиц, которые имеют дефектную природу [3].

Целью настоящей работы было исследование трансформации ФЛ спектров нанопорошков фторидов кальция и бария при наложении постоянного магнитного поля при записи спектров ФЛ образцов.

Технология получения и методика аттестации свойств мезопористых нанокристаллических порошков кальция и бария методом РЕВЕ описана в работах [4-6] соответственно. Отметим, что исследованные исходные НП имели заметные различия текстурных и магнитных свойств (таблица 1). НП CaF_2 - многофазные, кристаллические, с меньшими по размеру частицами и характерным ферромагнетизмом дефектной природы [4]. НП BaF_2 однофазные, кристаллические, с пара-ферромагнетизмом дефектной природы, впервые наблюдавшимся в работе [7].

Свойства НП и полученные результаты измерений приведены в таблице 1 и на рисунке 1 и 2. Как видно из полученных данных, при измерениях через оптоволоконный кабель при наложении магнитного поля происходит существенное снижение амплитуды сигнала из-за собственных потерь. Для устранения шума записанные спектры сглаживали. Разложение спектра ФЛ CaF_2 без наложения магнитного поля (рисунок 1, а) дает 2 пика при 592,6 и 689,5 nm, причем последний пик состоит из двух полос с разной шириной (рисунок 1, с). Отметим, что спектры ФЛ различаются из-за вариантности свойств полученных методом РЕВЕ НП, как следствие нестабильности условий процесса. Например, в работе [4] широкий пик разлагался на два пика (650 и 702 nm), соотношения между амплитудами которых изменялось при термическом отжиге. Необходимо отметить, что разложение всех спектров ФЛ в данной работе достигалось с высокой достоверностью (> 0,99).

Таблица 1. Свойства НП и результаты экспериментов.

Образец	Намагниченность, emu/g	SSA m ² /g	λ_{max} , nm		
			0 T	0.1 T	0.15 T
CaF_2	0.044	64.3	593	594	617
			616		644
BaF_2	0.008	19.01	591	637	617
			616		641

При наложении постоянного магнитного поля величиной 0,1Т существенного сдвига максимума пика ФЛ CaF_2 не происходит, но исчезает пик при 616 nm (рисунок 1, в). Разложение спектра ФЛ позволяет выделить 6 пиков (таблица 2). Если предположить, что вследствие взаимодействия собственного дефектного ферромагнитного поля НП CaF_2 происходит разложение первого пика (592,8 nm) на квадруплет: внутренний дуплет с максимумами пиков ФЛ 584,6/618 nm и внешний дуплет - с пиками 548,3/644,4 nm, а второго пика на один дуплет - 675,9/ 692,7 nm (таблица 3). При этом внешний дуплет первого пика имеет расчетную середину при 596,3 nm и достаточно симметричное отклонение от максимума первого пика спектра ФЛ: 44,5 и 51,6 nm. Внутренний дуплет первого пика спектра ФЛ имеет большее отклонение расчетной середины дуплета (+ 6 nm) и не симметричное отклонение - 8,17 и 25,2 nm от первого пика спектра ФЛ. Дуплет второго пика также не симметричен (таблица 3).

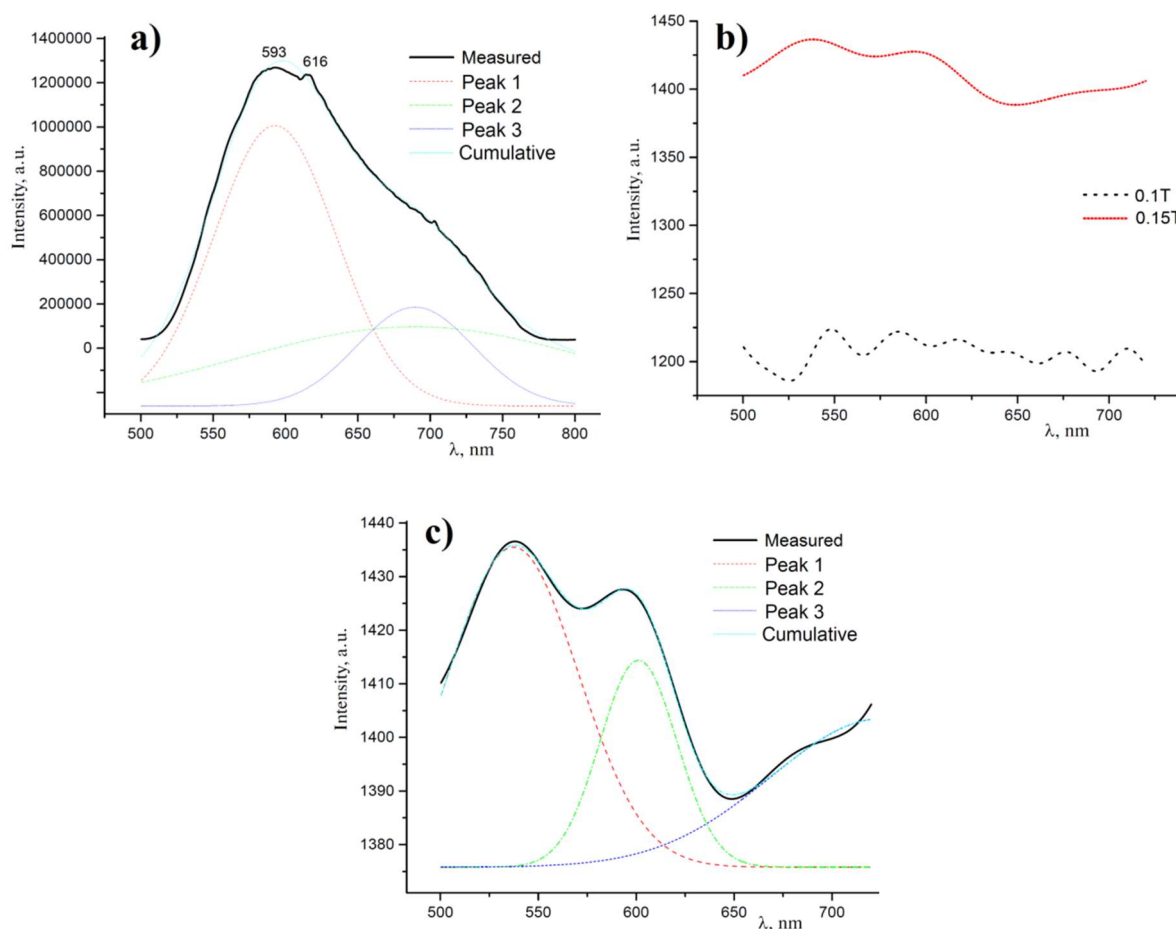


Рисунок 1. Спектры ФЛ НП CaF_2 и их деконволюция: без магнитного поля (а), с магнитным полем разной величины (в) и с магнитным полем 0,15 Т (с).

При наложении постоянного магнитного поля величиной 0,15 Т возвращается пик при 616/617 nm, при этом хорошо выделяется максимум при 644 nm, что позволяет говорить о сдвиге максимума спектра ФЛ CaF_2 при 593 nm на 51 nm. Разложение спектра позволяет выделить 3 пика (таблица 2). Исходя из выдвинутой гипотезы, можно говорить о более сильном разложении первого пика (592,8 nm) с расчетным центром внутреннего дуплета также при 601,1 nm (как и при магнитном поле 0,1 Т), и также не симметричном, но более сильном в 5-6 раз отклонении от центра (-55,5 и +133,2 nm, Табл. 3).

Разложение спектра ФЛ BaF_2 без наложения магнитного поля дает три пика (Табл. 2). При наложении постоянного магнитного поля величиной 0,1 и 0,15 Т сдвиг максимума пика ФЛ BaF_2 происходит существенно в обоих случаях: на 38 и 42 nm, соответственно. При этом, как и для НП CaF_2 при 0,1 Т исчезает пик при 616 nm, а при 0,15 Т возвращается пик при 616/617 nm. Разложение спектра ФЛ BaF_2 при 0,1Т позволяет выделить 6 пиков (таблица 3). Исходя из выдвинутой гипотезы, можно говорить об аналогичном (как для НП CaF_2) разложении первого пика спектра ФЛ (591 nm) на квадруплет: внутренний дуплет с максимумами пиков ФЛ 573,2/617,4 nm и внешний дуплет - с пиками 535,5/643 nm, а второго пика спектра ФЛ (641 nm) на дуплет - 678.8/ 704 nm (таблица 3).

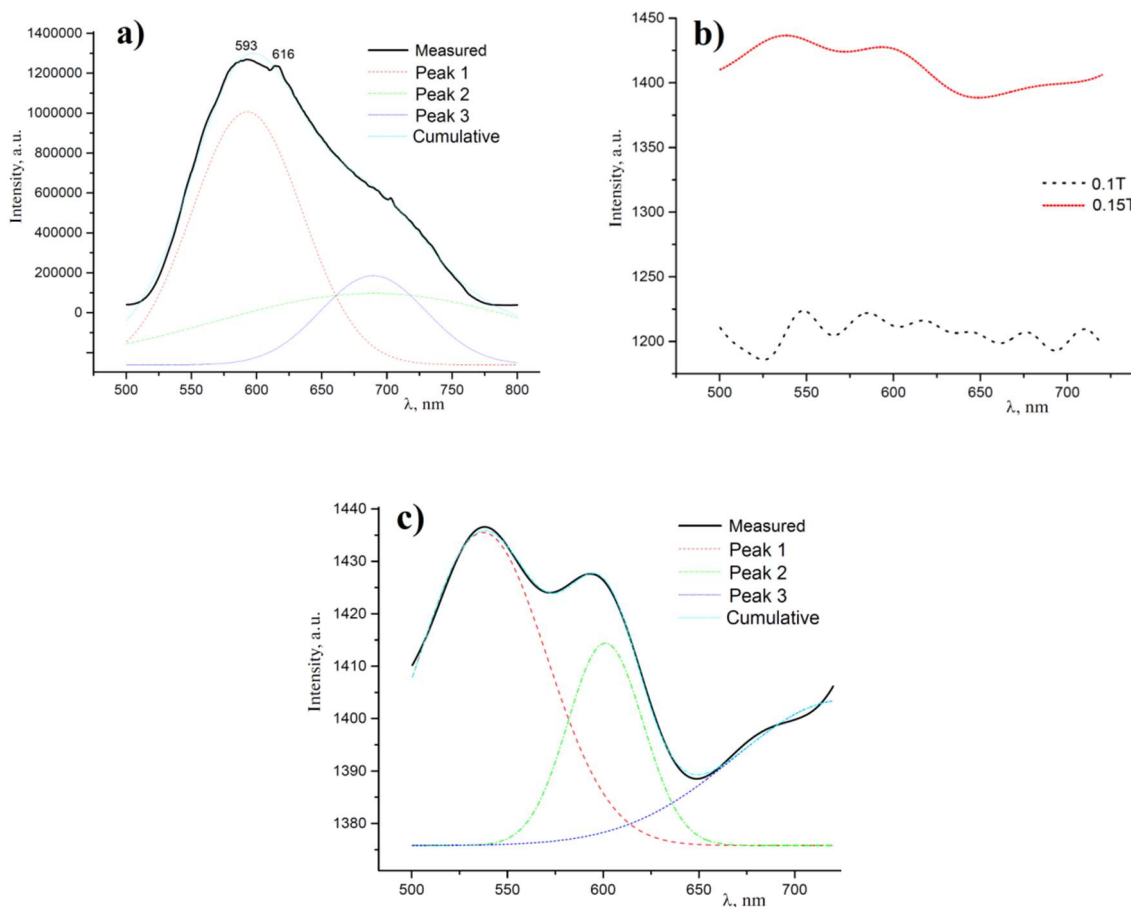


Рисунок 2. Спектры ФЛ НП ВаF₂ и их деконволюция: без магнитного поля (а), с магнитным полем разной величины (в) и с магнитным полем 0,1 Т (с).

Анализ разложение спектров ФЛ после наложения постоянного магнитного поля 0,1 Т показывает для нанофлюоридов в целом похожую картину - образование квадруплетов на первом пике и дуплетов на втором пике ФЛ, при этом исчезает пик при 616 nm. Отметим, что у НП ВаF₂ с существенно меньшей SSA и обладающего пара-ферромагнетизмом более симметричное расщепление пиков, подтверждает излучение из изолированных F-центров [7]. При росте магнитного поля до 0,15 Т разложение спектра ФЛ НП ВаF₂ обнаруживает наличие только двух пиков, которые показывают очень точное расщепление пика при 637 nm, проявившегося при 0,1Т (таблица 3).

Таким образом, впервые установлено, что наложение постоянного магнитного поля приводило к сдвигу пиков в спектрах фотолюминесценции НП СаF₂ и ВаF₂. Диапазоны смещения пиков существенно различались для разных нанофторидов и зависели от величины приложенного постоянного магнитного поля. При наложении поля величиной 0,1 Т сдвиг пика не наблюдался, в поле 0,15 Т хорошо выделялся 2 максимум при 644 nm, что позволяет говорить о сдвиге пика ФЛ СаF₂ при 593 nm на 51 nm. Наложение постоянного магнитного поля величиной 0,1 и 0,15 Т вызывало сдвиг максимума пика ФЛ ВаF₂ на 38 и 42 nm, соответственно. Следовательно, в отличие от оксидов, у которых смещение пиков ФЛ было разнонаправленным [3], у нанофлюоридов обнаружено однонаправленное смещение пиков ФЛ в красную область спектра.

Таблица 2. Результаты анализа спектров ФЛ.

№	Магнит, Т	Пик 1	Пик 2	Пик 3	Пик 4	Пик 5	Пик 6
---	-----------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

		λ , nm	λ , nm	λ , nm			
CaF₂							
1			593	616	-	-	-
1*	0		592.8	689.5	-	-	-
			[1.34E8]	[1.09E8/4.4E7]			
			{84.5}	{242/80.5}			
**	0		650	702	-	-	-
2	0.1		594	-	-	-	-
2*	0.1	548.3	584.6	618	644.4	675.9	692.7
		[668]	[890]	[525]	[185]	[122]	[-85]
		{18.8}	{29.7}	{24.7}	{18}	{13.5}	{11.1}
3	0.15		617	644			
3*	0.15	537.3	601.1	726			
		[4960]	[1906]	[3993]			
		{78}	{46.3}	{135}			
BaF₂							
4			591	616	-	-	-
4*	0	565.9	611	694.8	-	-	-
		[1.18E7]	[3.36E7]	[1.65E7]			
		{47.6}	{72.9}	{78.2}			
				-			
*3	0		660	713	-	-	-
*4	0		653	705	-	-	-
5	0.1			637	-	-	-
5*	0.1	535.5	573.2	617.4	643	678.8	704
		[351]	[1258]	[802]	[472]	[251]	[187]
		{17.9}	{29.5}	{19.5}	{18.9}	{22.3}	{12}
6	0.15		617	641	-	-	-
6*	0.15		627.1	647	-	-	-
			[387]	[245]			
			{29.8}	{25.5}			

* по результатам деконволюции, ** [5]; *3 [7], *4 [6]; в скобках [] амплитуда пика в а.у., в скобках {} FWHM пика, nm/

В рамках предложенной гипотезы, в результате взаимодействия собственного магнитного поля нанопризм, вызванного структурными дефектами НП, с внешним магнитным полем происходит трансформация пиков ФЛ. Деконволюция ФЛ спектров позволила обнаружить разложение первого пика обоих нанопризм на квадруплет, а второго на дуплет при величине магнитного поля 0,1 Т. При увеличении магнитного поля квадруплет первого пика исчезает, а дуплет второго существенно отличается для ферромагнитного НП CaF₂ и параферромагнитного НП BaF₂. Необходимо отметить, что с одной стороны деконволюция выполнялась для сглаженных пиков ФЛ, но с другой стороны ее достоверность превышала 0,99. Кроме того, спектры обоих нанопризм содержат пик при 616 nm, который не наблюдается в поле 0.1 Т и появляется в поле 0.15 Т, и вероятно обусловлен центром окраски [8]. В любом случае явление влияния постоянного магнитного поля на спектры ФЛ НП, полученных методом РЕВЕ, подтверждено и установлено влияние амплитуды этого поля.

Таблица 3. Результаты анализа спектров ФЛ.

№	Магнит, Т	Пики дуплетов				
		Левый 1	Центр 1	Правый 1	Левый 2	Центр 2
CaF₂						

1	0		593			616	
1*	0.1	(8.17)	592.8	(25.2)	(13.6)	689.5	(3.2)
	0.1	(44.5)		(51.6)			
	0.15	(55.5)		(133.2)			
2	0.1		594				
2*	0.1	584.6	<i>601.3</i>	618	675.9	<i>684.3</i>	692.7
2*	0.1	548.3	<i>596.3</i>	644.4			
3	0.15		617			644	
3*	0.15	537	601.1	726			
				BaF₂			
4	0		591			616	
4*	0.1	(17.8)	<i>591</i>	(26.4)	(16)	<i>694.8</i>	(9.2)
	0.1	(55.5)		(52)		<i>637</i>	
	0.15				(9.9)		(10)
5	0.1					637	
5*	0.1	535.5	<i>589.2</i>	643	678.8	<i>691.4</i>	704
5*	0.1	573.2	<i>595.3</i>	617.4			
6	0.15		617			641	
6*	0.15				627.1	<i>637</i>	647

в скобках () отклонение от пика ФЛ, полученного при разложении измеренного, жирным шрифтом выделены измеренные пики, шрифтом италик - расчетные средние пики дуплетов ФЛ

Благодарности

Исследование выполнено при частичном финансировании гранта РФФИ № 22-19-00239.

Список литературы

- [1] Sokovnin S and Il'ves V 2022 Nanopowders of Metal Oxides and Fluorides: Preparation, Properties and Applications, Jenny Stanford Publishing Pte. Ltd, Singapore 812 p. DOI:10.1201/9781003331223.
- [2] Sokovnin S Yu, Ilves V G, Zuev M G 2020 Nano-Structures & Nano-Objects. 24, 100592 DOI:10.1016/j.nanoso.2020.100592.
- [3] Singhal R K, Kumari P, Samariya A, Kumar S, Sharma S C, Xing Y T, Saitovitch E B, 2010 Appl. Phys. Lett. 97 172503. DOI: 10.1063/1.3507290.
- [4] Il'ves V G, Sokovnin S Yu, Zuev M G et. al, 2019 Phys. of the Solid State 61, 2200 DOI: 10.1134/S1063783419110179.
- [5] Il'ves V G, Sokovnin S Yu, Zuev M G, Uimin M A, 2018 Tech. Phys. Lett. 44, 765. DOI:10.1134/S1063785018090122.
- [6] Il'ves V G, Sokovnin S Yu, Zuev M G, Murzakaev M A, 2020 J. of Magnetism and Magnetic Mat., 504 166666 DOI:10.1016/j.jmmm.2020.166666.
- [7] Glynn T J 1991 J. of Lumin. 48&49 783.

Влияние технологических параметров нанесения на структуру и свойства катодно-дуговых четырехэлементных покрытий Al-Cr-B-N

В А Лапицкая¹, Т А Кузнецова¹, Б Вархолински², А В Хабарова¹, А Гилевич² и С А Чижик¹

¹ Лаборатория нанопроцессов и технологий, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, 220052, г. Минск, Республика Беларусь

² Машиностроительный факультет, Кошалинский технологический университет, 75-453, г. Кошалин, Польша

E-mail: vasilinka.92@mail.ru

Аннотация. Проведены исследования влияния технологического параметра нанесения – тока катода – на структуру и физико-механические свойства катодно-дуговых покрытий Al-Cr-B-N методами атомно-силовой микроскопии и наноиндентирования. С повышением тока катода с 60 до 120 А происходит повышение удельной поверхностной энергии и физико-механических свойств. Шероховатость поверхности снижается до минимальных значений при 100 А, а затем повышается при 120 А.

1. Введение

Износостойкие покрытия часто используются для защиты инструментов и поверхностей деталей. Для этого покрытие должно обладать повышенными механическими характеристиками, включая твердость и устойчивость к царапинам и абразивному износу. Одним из наиболее часто используемых покрытий является нитрид хрома. Благодаря хорошей стойкости к окислению и коррозии, хорошей адгезии к стальным подложкам, они широко применяются в промышленности [1]. Однако из-за относительно низкой твердости [2] и абразивной износостойкости покрытия CrN следует усовершенствовать для более широкого применения. Улучшение свойств CrN достигают путем легирования другим металлом с образованием тройной системы. Одним из наиболее перспективных кандидатов среди добавок является алюминий, повышающий термостойкость CrN, который образует трехкомпонентную систему AlCrN [1-4]. Благодаря тому, что атомы Al добавлены в CrN, покрытия AlCrN имеют более высокую плотность. Добавление третьего элемента в нитридные системы (четырёхкомпонентные системы) расширяет их функциональные свойства за счет изменения механики поведения материала под действием эксплуатационной нагрузки. Изменение механики происходит из-за структурной перестройки многокомпонентных покрытий, которые превращаются в нанокомпозиты, где могут присутствовать как различные типы кристаллических решеток, так и аморфные фазы [1, 5, 6].

2. Материалы и методы

Исследования проводили на четырехэлементных покрытиях Al-Cr-B-N. Покрытия толщиной $4,4 \pm 0,1$ мкм наносили катодно-дуговым методом на установке TINA 900 M. Использовали катоды из сплава $Al_{50}Cr_{30}B_{20}$. В качестве подложки использовали стали 4H13. Перед нанесением покрытия наносили тонкий слой хрома около 100 нм толщиной для лучшей адгезии покрытия к подложке. Далее проводилось нанесение покрытий Al-Cr-B-N при изменении тока катода от 60 до 120 А с шагом 20 А при постоянном давлении азота в камере 4 Па и напряжении смещения на подложке -100 В.

Структуру поверхности покрытий исследовали на атомно-силовом микроскопе (АСМ) Dimension FastScan (Bruker, США) в режиме PeakForce QNM. Использовались стандартные кремниевые кантилеверы типа MPP21100-10 (Bruker, США) с радиусами закругления острия 10 нм, с жесткостью консоли 3 Н/м. С помощью АСМ определяли шероховатость поверхности, адгезионные силы между острием зонда и поверхностью покрытий, а затем рассчитывали удельную поверхностную энергию как отношение силы адгезии к радиусу закругления острия.

Физико-механические свойства определяли при помощи наноиндентора (НИ) Hysitron 750 Ubi (Bruker, США) путем внедрения алмазного конического наконечника с модулем упругости $E = 1170$ ГПа, коэффициентом Пуассона 0,07 и радиусом закругления индентора 226 нм.

3. Результаты исследования

АСМ-исследования показали значительное изменение структуры поверхности покрытий Al-Cr-B-N с увеличением тока катода при нанесении (рисунок 1). Уменьшается количество микрочастиц на поверхности и увеличивается размер ячеистой структуры покрытия. Шероховатость поверхности уменьшается с увеличением тока катода с 60 до 100 А, а затем увеличивается при 120 А (рисунок 2, а).

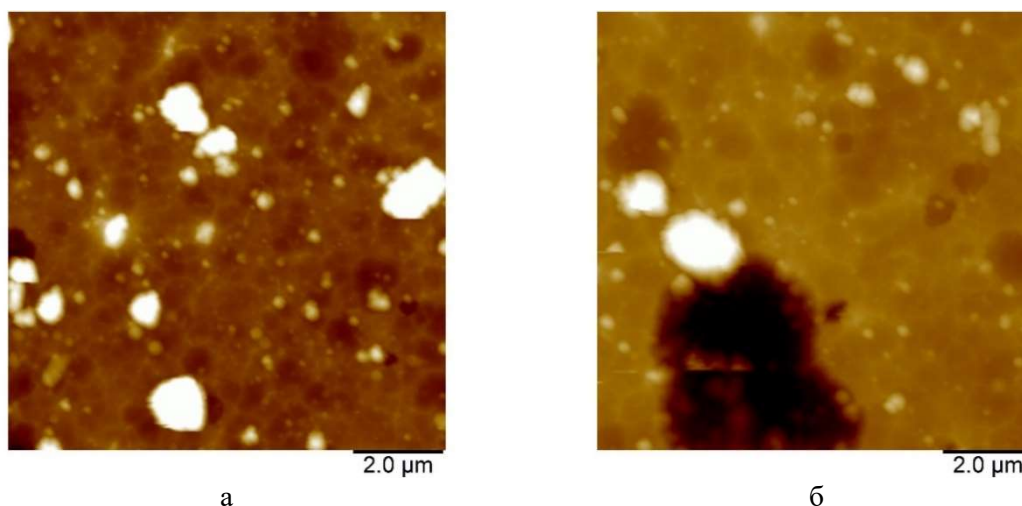
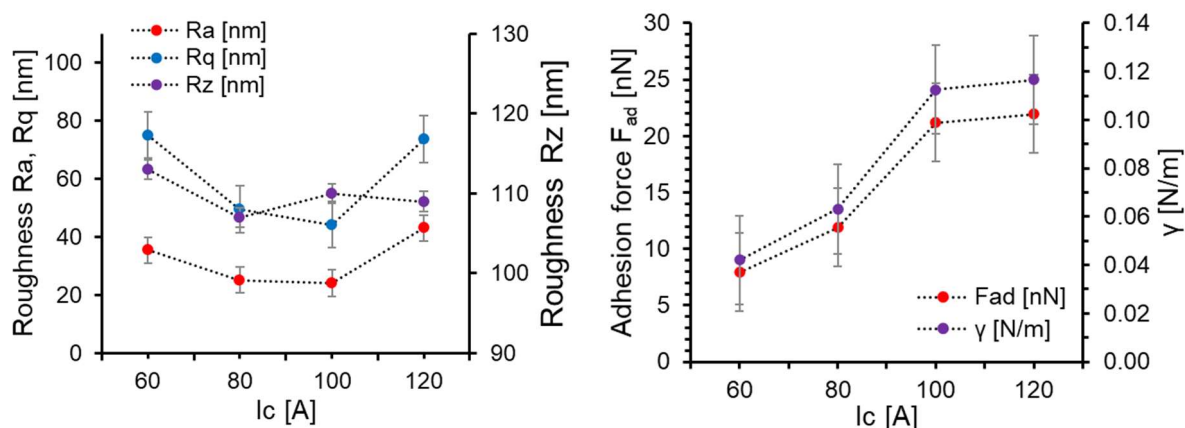


Рисунок 1. АСМ-изображения (10×10 мкм²) структуры поверхности покрытий Al-Cr-B-N: 60 А (а) и 120 А (б).

Сила адгезии поверхности покрытий увеличивается с 7,9 до 21,9 нН с увеличением тока катода при нанесении с 60 до 120 А. Соответствующим образом себя ведёт и удельная поверхностная энергия (рисунок 2, б).



а

б

Рисунок 2. Шероховатость на АСМ (а), сила адгезии и удельная поверхностная энергия (б) покрытий Al-Cr-B-N в зависимости от тока катода.

Физико-механические свойства покрытий незначительно зависят от тока катода при нанесении (таблица 1). Происходит небольшое возрастание модуля упругости с 172,8 ГПа при 60 А до 178,0 ГПа при 120 А. Микротвердость увеличивается с 21,5 до 22,2 ГПа. Индекс пластичности (H/E) практически остается без изменения, а сопротивление пластической деформации (H^3/E^2) увеличивается с 0,333 до 0,343.

Таблица 1. Физико-механические свойства покрытий Al-Cr-B-N в зависимости от тока катода.

I_c , А	E , ГПа	H , ГПа	H/E	H^3/E^2 , ГПа
60	172,8±6,8	21,5±1,7	0,124	0,333
80	177,5±5,8	21,8±0,4	0,123	0,329
100	177,9±9,5	22,3±2,4	0,126	0,352
120	178,0±9,0	22,2±2,2	0,124	0,343

4. Заключение

Методами атомно-силовой микроскопии и наноиндентирования проведены исследования влияния величины тока катода на структуру и физико-механические свойства катодно-дуговых покрытий Al-Cr-B-N. Увеличение тока катода с 60 до 120 А при нанесении приводит к изменению структуры и шероховатости поверхности. Физико-механические свойства увеличиваются, а также и сопротивление пластической деформации. Индекс пластичности остается практически без изменения.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований – грант № Т21МС-029 и Т23РНФ-132.

Список литературы

- [1] Reiter A E, Derflinger V H, Hanselmann B, Bachmann T, Sartory B 2005 Surface and Coatings Technology 200 2114-2122.
- [2] Wang L, Zhang S, Chen Z, Li J, Li M 2012 Applied Surface Science 258 3629-3636.
- [3] Reiter A E, Mitterer C, Rebelo de Figueiredo M, Franz R 2010 Tribology Letters 37 605–611.
- [4] Romero J, Gómez M A, Esteve J, Montalà F, Carreras L, Grifol M, Lousa A 2006 Thin Solid Films 515 113-117.
- [5] Franz R, Mitterer Ch 2013 Surface and Coatings Technology 228 1-13.
- [6] Voevodin A A, Muratore C, Aouadi S M 2014 Surface and Coatings Technology 257 247–265.

Анализ кинетики нагревания подложки при магнетронном распылении сэндвич мишени медь-титан

М О Иванцов, В И Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В работе исследованы тепловой поток, нагревающий подложку при магнетронном распылении сэндвич мишени, работающей на постоянном токе. Роль подложки исполнял чувствительный элемент термопарного датчика. Было установлено, что стационарная температура элемента, постоянная времени его нагревания, положение точек перегиба кинетических кривых нагревания и постоянная времени нагревания внешней титановой пластины сэндвич мишени пропорциональны току разряда и давлению аргона.

Нагревание подложки при осаждении пленок методом магнетронного распыления может значимо влиять на их состав, структуру и свойства [1], [2]. В связи с этим специалистов всегда интересовало формирование тепловых потоков в процессе распыления, которые разогревали подложку с растущей на ее поверхности пленкой [3], [4].

Развитие технологии магнетронного распыления привело к появлению новых типов распылительных устройств. Для осаждения пленок металлов и их простых соединений активно исследуются магнетроны с горячими мишенями [1–3]. Пленки бинарных твердых растворов металлов, оксидов, нитридов и др. наносят с помощью магнетрона, оснащенного устройством, называемым сэндвич-мишенью [4–6].

При осаждении пленок методом магнетронного распыления применяют принудительное нагревание подложки [7]. Это увеличивает адгезию и позволяет управлять химическим составом и кристаллической структурой пленок. Однако фактическая температура подложек в процессе осаждения может оказаться выше на 50–200 °С [8] за счет [9].

- кинетической энергии атомов осаждаемого материала;
- энергии, выделяемой при конденсации и кристаллизации;
- излучения разряда;
- излучения нагретой поверхности мишени.

В одной из первых работ [10], опубликованы результаты измерения кинетики нагревания и остывания подложек, полученные с помощью термопарного датчика при магнетронном распылении металлов. Интерес к этой задаче сохранился до последнего времени [7–9]. Кинетическое уравнение нагревания обычно записывают в виде [10].

Предполагается, что при осаждении пленки с помощью магнетрона, оснащенного одиночной холодной мишенью, нагревание подложки происходит в результате воздействия энергетического потока, который генерирует мишень:

$$Q_{\text{миш}} = Q_{\text{кин}} + Q_{\text{фаз}} + Q_{\text{разр}}, \quad (1)$$

где $Q_{\text{кин}}$ – кинетическая энергия атомов, распыленных с мишени; $Q_{\text{фаз}}$ – теплота, выделенная при фазовых переходах (конденсации и кристаллизации) в слое осажденных на подложке атомов; $Q_{\text{разр}}$ – тепловой поток из газового разряда. Все потоки в (1) имеют размерность джоуль в секунду или ватт.

В настоящей работе исследуется кинетика нагревания подложки при работе магнетрона с сэндвич мишенью, включающая внутреннюю медную и внешнюю титановую пластины.

В данной работе, как и ранее [19], был использован цилиндрический сбалансированный магнетрон постоянного тока диаметром 130 мм. Сэндвич мишень включала внутреннюю медную пластину толщиной 4 мм, охлаждаемую проточной водой. На ней с зазором 1 мм была закреплена титановая пластина толщиной 1 мм. В распыляемой области этой пластины были изготовлены 8 прорезей, через которые происходило распыление медной пластины. Прорези имели суммарную относительную площадь $\delta_{пр} = 0.25$. В качестве распыляющего газа использовался чистый аргон при давлении (2–6) мТорр. Ток разряда изменяли в диапазоне 1–3 А. Для изучения тепловых процессов, происходящих на подложке, был использован термопарный датчик с чувствительным элементом в виде медного диска толщиной 1 мм и площадью 100 мм², закрепленного на спаяв хромель-копелевой термопары и установленного на столике для крепления подложек. Результаты измерения температуры с помощью датчика дали возможность оценить тепловой поток, разогревающий чувствительный элемент. Этот же поток разогревает и подложку при осаждении пленки. Поэтому при обсуждении можем использовать термины *чувствительный элемент* термопарного датчика и *подложка* в качестве синонимов.

Далее будем различать суммарный *энергетический* и *тепловой* потоки, которые генерирует сэндвич мишень и *энергетический* поток, нагревающий чувствительный элемент датчика или подложку.

Экспериментально установлено, что области тока разряда 1–3 А, в котором выполнены эксперименты, зависимость мощности от тока разряда носило характер полинома первой степени, увеличиваясь от 400 до 1200 Вт. Кроме этого увеличение давления влекло за собой уменьшение мощности, выделяемой на мишени.

При изучении энергетических потоков, нагревающих подложку, в отличие от (1) будем считать, что сэндвич мишень генерирует энергетический поток:

$$Q_{миш} = Q_1 + Q_2 + Q_{тепл} + Q_{фаз} + Q_{разр}, \quad (2)$$

где Q_1 и Q_2 – кинетическая энергия атомов, распыленных с внутренней и внешней пластин, соответственно; $Q_{тепл}$ – тепловой поток, излучаемый внешней пластиной; $Q_{фаз}$ – теплота, выделенная при фазовых переходах (конденсации и кристаллизации) в слое осажденных на подложку атомов; $Q_{разр}$ – тепловой поток из газового разряда.

На рисунке 1 показаны типичные кинетические кривые нагревания чувствительного элемента датчика, измеренные при давлении 2 мТорр и разных токах разряда. Для упрощения начальная температура $T(t)_{t=0}$ на рисунке 1 и далее принята равной 0°C. Их особенностями являются точки перегиба. Рисунок 2 иллюстрирует зависимость положения точки перегиба на оси времени $\tau_{пер}$ от плотности тока разряда и давления аргона.

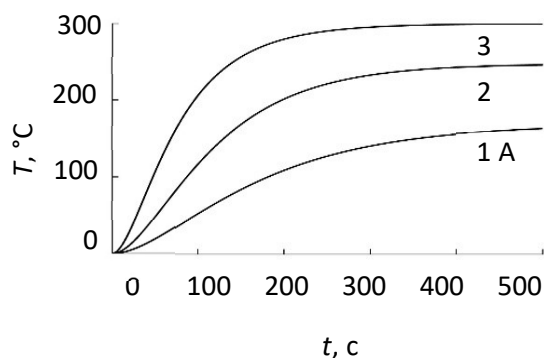


Рисунок 1. Кинетические кривые нагревания чувствительного элемента датчика при давлении 2 мТорр.

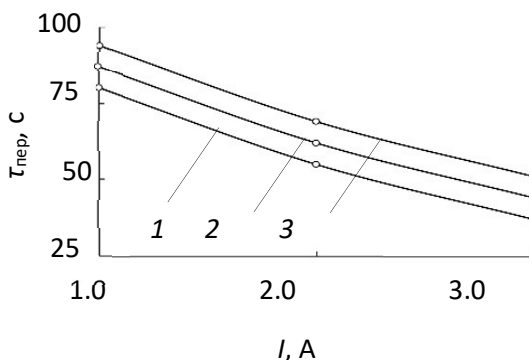


Рисунок 2. Зависимости точки перегиба $\tau_{пер}$ от тока разряда и давления (в мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0.

Возрастание значения $\tau_{\text{пер}}$ при увеличении давления вполне ожидаемо, поскольку, при этом уменьшается мощность разряда, что приводит к уменьшению скорости нагревания внешней пластины. Следствием этой связи является возрастание во времени энергетического потока $Q_{\text{миш}} = f(t)$, часть которого воздействует на подложку (чувствительный элемент датчика), вплоть до выхода пластины в стационарный тепловой режим. Далее нагревание подложки происходит при воздействии постоянного энергетического потока $Q_{\text{миш}} = \text{const}$. Этот тепловой процесс на подложке протекает уже иным образом, чем на внешней пластине. Он зависит от тепловых свойств подложки и особенностей ее крепления.

Исходя из сказанного можно ожидать, что процесс нагревания подложки включает две стадии, каждая из которых протекает со своей постоянной времени. Кинетика нагревания чувствительного элемента датчика при распылении холодной мишени определена нами в виде экспоненты:

$$T_{\text{дат}}(t, I, p) \approx T_{\text{дат}\infty}(I, p) [1 - e^{-t/\tau_{\text{дат}}(I, p)}], \quad (3)$$

где $T_{\text{дат}\infty}(I, p)$ – предельная температура элемента и $\tau_{\text{дат}}(I, p)$ – постоянная времени его нагревания. Оба параметра зависят от плотности тока разряда и давления аргона. Выражение (3) справедливо только при постоянной мощности источника тепла. Если величина (2) изменяется во времени, то (3) следует изменить:

$$T_{\text{дат}}(t) \approx A_{\text{миш}}(t) T_{\text{дат}\infty}(I, p) [1 - e^{-t/\tau_{\text{дат}}(I, p)}], \quad (4)$$

где функция $0 \leq A_{\text{миш}}(t) \leq 1$ учитывает кинетику нагревания внешней пластины сэндвич мишени. Поскольку чаще всего тепловой процесс адекватно описывают экспоненциальной функцией, зададим $A_{\text{миш}}(t)$ форме:

$$A_{\text{миш}}(t) \approx [1 - e^{-t/\tau_{\text{миш}}(I, p)}], \quad (5)$$

где $\tau_{\text{миш}}(I, p)$ – постоянная времени нагревания внешней пластины мишени.

Очевидно, что при $A_{\text{миш}}(t) \approx 1$ выражение (4) описывает кинетическую кривую без точки перегиба. Как следует из (3), это возможно, если $\tau_{\text{миш}} \ll \tau_{\text{дат}}$. На кинетической кривой нагревания чувствительного элемента существует точка перегиба, если $\tau_{\text{миш}} < \tau_{\text{дат}}$. Используем для анализа кинетических зависимостей на рисунке 1 методику из работы [11].

1. Экспериментальные зависимости обозначим через $T^*(t)$. Учитывая это, (4) запишем в виде:

$$T^*(t) \approx A_{\text{миш}}(t) T_{\text{дат}}(t), \quad (6)$$

где $T_{\text{дат}}(t)$ – кинетическая зависимость нагревания чувствительного элемента при $t \geq 0$, которая возникает только от источника постоянной мощности. Так как в этой области $A_{\text{миш}}(t) \approx 1$, то для определения функции $T_{\text{дат}}(t)$ следует рассмотреть участок $T^*(t)$, который близок к стационарному состоянию чувствительного элемента, включив в совокупность этих экспериментальных точек значение $T^*(0) = 0$.

2. Для аппроксимации функции $T_{\text{дат}}(t)$ используем выражение (3), с помощью которого вычислим значения $T_{\text{дат}\infty}$ и $\tau_{\text{дат}}$ для каждого эксперимента. На рисунке 3 показаны типичные для всех давлений результаты этого расчета.

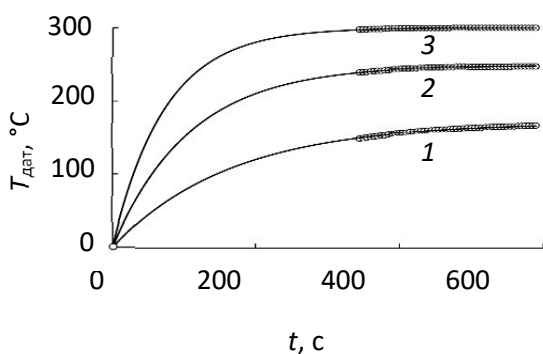


Рисунок 3. Аппроксимация экспериментальных точек выражением (3) при давлении 2 мТорр и токе (А): 1 – 1.0; 2 – 2.0; 3 – 3.0.

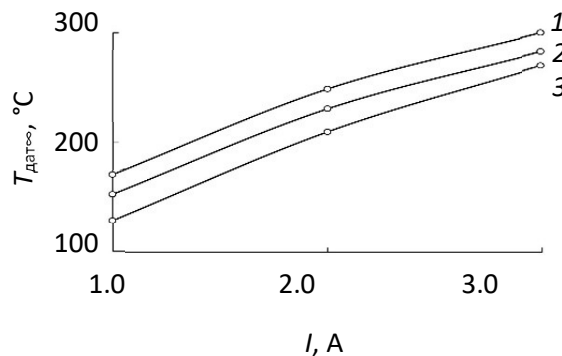


Рисунок 4. Зависимость стационарной температуры $T_{дат∞}$ от тока разряда при давлении (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0.

Зависимости стационарной температуры $T_{дат∞}$ и постоянной времени нагревания чувствительного элемента от тока разряда и давления аргона приведены на рисунках 4 и 5, соответственно. Характер изменения обеих величин связан с увеличением мощности, выделяемой на мишени как при возрастании тока, так и при уменьшении давления.

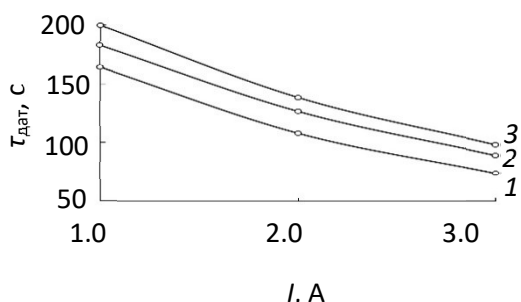


Рисунок 5. Зависимости постоянной времени нагревания чувствительного элемента датчика от тока разряда при давлении (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0 .

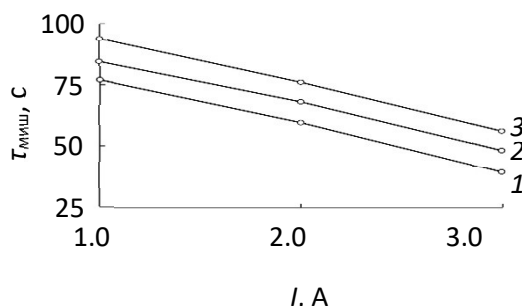


Рисунок 6. Зависимости от тока разряда постоянной времени нагревания внешней пластины сэндвич мишени при давлении (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 4.0; 3 – 6.0 .

С учетом (6) экспериментальные значения $A_{миш}^*(t)$ определим в виде

$$A_{миш}^*(t) \approx T^*(t)/T_{дат}(t). \quad (7)$$

4. Полученные по формуле (7) значения аппроксимируем выражением (5). Проведенная аппроксимация позволила установить изменения постоянной времени нагревания внешней пластины сэндвич мишени (см. рисунок 6). Из рисунков 2 и 6 можно установить, что отношение $\tau_{пер}/\tau_{миш}$ в заданных диапазонах тока разряда и давление лежит в диапазоне 0.9–1.1. Это доказывает, что возникновение точек перегиба на кинетических кривых нагревания чувствительного элемента датчика связано с выходом внешней пластины сэндвич мишени в стационарный тепловой режим.

Завершив анализ влияния на нагревание подложки только теплового потока $Q_{тепл}$, который генерирует внешняя титановая пластина сэндвич мишени, обратим далее внимание на другие компоненты энергетического потока $Q_{миш}$ в (2). Их генерируют обе пластины, составляющие мишень, поэтому (2) можем записать в виде:

$$Q_{миш} = Q_1 + Q_2, \quad (8)$$

где потоки Q_1 и Q_2 генерируют внутренняя и внешняя пластины, работающие в холодном и горячем режимах, соответственно. Все потоки в (8) имеют размерность джоуль в секунду или ватт и заданы в плоскости мишени.

Поток Q_2 из (8) тоже содержит два компонента, который запишем в упрощенном виде:

$$Q_2 = Q_{\text{хол2}} + Q_{\text{тепл}}. \quad (9)$$

Первое слагаемое в правой части (9), обозначенное через $Q_{\text{хол2}}$, соответствует случаю, когда магнетрон оснащен одиночной холодной мишенью, изготовленной из материала внешней пластины. Обозначение второго слагаемого в виде $Q_{\text{тепл}}$ указывает на то, что здесь в качестве наиболее значимого потока, обусловленного нагреванием внешней пластины, принят тепловой поток. Хотя при достаточно высокой температуре могут возникнуть потоки, связанные с ее испарением.

Выразим компоненты уравнения (8) через параметры процесса распыления:

$$Q_1 = Q_{\text{к1}} + Q_{\text{ф1}} + Q_{\text{разр1}} = \frac{I\delta_{\text{пр}}}{e(1+\gamma_1)} S_1 (E_{\text{к1}} + E_{\text{ф1}} + E_{\text{разр1}}), \quad (10)$$

где S_1 и γ_1 — коэффициенты распыления и ионно-электронной эмиссии материала внутренней пластины, соответственно; $e = 1.6 \times 10^{-19}$ Кул — заряд электрона; E_1 , $E_{\text{ф1}}$ и $E_{\text{разр1}}$ — средние удельные (на один распыленный атом внутренней пластины) значения кинетической энергии, теплоты фазового перехода и энергетического потока из области разряда. При составлении выражения (10) было учтено, что внутреннюю мишень распыляет поток ионов аргона, который является частью общего потока.

Второе слагаемое в правой части (8), выраженное в форме (9), можно записать в виде:

$$Q_2 = Q_{\text{к2}} + Q_{\text{ф2}} + Q_{\text{разр2}} + Q_{\text{тепл}} = \frac{I(1-\delta_{\text{пр}})}{e(1+\gamma_2)} S_2 (E_{\text{к2}} + E_{\text{ф2}} + E_{\text{разр2}}) + Q_{\text{тепл}}, \quad (11)$$

где S_2 и γ_2 — коэффициенты распыления и ионно-электронной эмиссии материала внешней пластины, соответственно; E_2 , $E_{\text{ф2}}$ и $E_{\text{разр2}}$ — средние удельные (на один распыленный атом внешней пластины) значения кинетической энергии, теплоты фазового перехода и энергетического потока из области разряда. Тепловой поток $Q_{\text{тепл}}$ в (11) задается уравнением Стефана-Больцмана:

$$Q_{\text{тепл}} = \sigma(\varepsilon_2 T_2^4 - \varepsilon_{\text{пн}} T_{\text{пн}}^4) F_2 (1 - \delta_{\text{пр}}), \quad (12)$$

где $\sigma = 5.67 \times 10^{-8}$ Вт·м⁻²·К⁻⁴ — постоянная Стефана-Больцмана; ε_2 и $\varepsilon_{\text{пн}}$ — коэффициенты излучения внешней пластины, имеющей температуру T_2 , и приемника излучения, соответственно; $F_2(1-\delta_{\text{пр}})$ — площадь распыляемой области внешней пластины. В качестве приемника примем стенку вакуумной камеры, имеющую температуру $T_{\text{пн}} = 300$ К.

Для вычислений по формулам (10) – (12) значения средние удельных кинетических энергий, теплоты фазовых переходов и энергетических потоков из области разряда взяты из работы [10]. Значения остальных параметров – из работ [6] и [12]

Энергетический поток $Q_{\text{миш}}$, который генерирует сэндвич мишень в принятом диапазоне тока разряда, был вычислен с использованием экспериментальных зависимостей мощности разряда от тока и давления. Было установлено, что в диапазоне токов разряда он изменяется от 150 до 300 Вт и слабо зависит от давления аргона.

Эти результаты позволили установить возможный энергетический поток, падающий на подложку. Для этого был вычислен угол видимости или угловой коэффициент излучения ϕ , который задает часть потока, падающего на заданную поверхность, от полного потока, который генерирует источник. Вычисления были выполнены с помощью методики из работы [13] для модели «дисковый источник с равномерным распределением температуры-дисковый приемник». На рисунке 7 представлен результат оценки, выполненной по формуле $Q_{\text{дат}} = \phi Q_{\text{миш}}$ при $\phi = 1.95 \times 10^{-3}$.

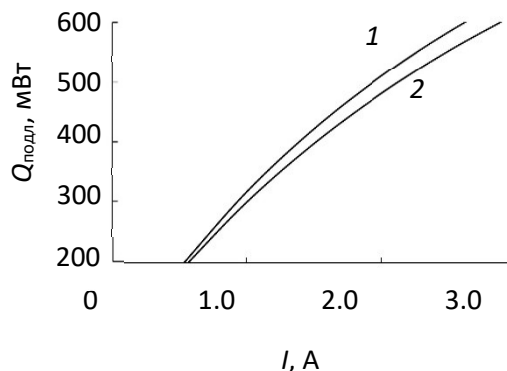


Рисунок 7. Расчетные зависимости от тока разряда энергетических потоков, падающих на подложку при давлении (мТорр): 1 – 2.0; 2 – 6.0.

В заключение отметим, что исследование тепловых процессов при работе магнетрона с сэндвич мишенью, содержащей пластины из меди и титана, позволило установить ряд закономерностей. В области тока 1–3 А зависимость мощности, выделяемой на мишени, от тока разряда носит характер полинома первой степени. При этом увеличение давления влечет за собой ее уменьшение. Кинетические кривые нагревания чувствительного элемента датчика, независимо от давления содержат точки перегиба, связанные с достижением внешней пластины стационарного теплового режима. В связи с этим были выделены две постоянные времени – для внешней пластины мишени и элемента датчика. Обе величины были примерно обратно пропорциональны току разряда и имели незначительную нелинейность. Доля полного потока, падающего на подложку при токе 3 А не превышает 600 мВт.

Список литературы

- [1] Shapovalov V I, Zav'yalov A V, Meleshko (Morozova) A A 2021 Sur. Coat. Technol. 417 127189.
- [2] Kaziev A V, Kolodko D V, Tumarkin A V, Kharkov M M, Lisenkov V Y, Sergeev N S 2021 Sur. Coat. Technol. 409 126889.
- [3] Graillot-Vuillecot R, Thomann A-L, Lecas T, Cachoncinlle C, Millon E, Caillard A 2022 Vacuum 197 110813.
- [4] Kozin A A, Shapovalov V I 2019 Sur. Coat. Technol. 359 451-458.
- [5] Kozin A A, Shapovalov V I, Shestakov D S, Rudakov A V, Shabalin A E, Pavlov V A 2021 J. Phys.: Confer. Ser. 1799 012018.
- [6] Shapovalov V I 2023 J. Appl. Phys. 133 085301.
- [7] Shapovalov V I 2010 Glass Phys.Chem. 36 121.
- [8] Lundin D 2012 J. Mater. Res. 27 780–792.
- [9] Cormier P-A, Balhamri A, Thomann A-L 2013 J. Appl. Phys. 113 013305.
- [10] Thornton J A 1978 Thin solid films 54 23–31.
- [11] Komlev A A, Minzhulina E A, Smirnov V V, Shapovalov V I 2018 Appl. Phys. A. 124 48–52.
- [12] Anders A J Vac. Sci. Technol. A: Vac., Surf. Films 28 783–90.
- [13] Блох А Г, Журавлев Ю А, Рыжков Л Н Справочник. Энергоиздат. 1991. С. 380-1.

Организация промышленного производства отечественных установок молекулярного наплаивания проточно-вакуумного типа

В В Антипов¹, В С Балахнин³, В А Гладченко², А А Малков¹, А В Москалев¹ и А А Малыгин¹

¹ Кафедра химической нанотехнологии и материалов электронной техники и Первый Всероссийский инжиниринговый центр технологии молекулярного наплаивания Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета), 190013, Санкт-Петербург, Россия

² Общество с ограниченной ответственностью «Ботлихский радиозавод»

³ Общество с ограниченной ответственностью «Инжиниринговый центр молекулярного наплаивания»

E-mail:malygin@lti-gti.ru

Аннотация. Представлены краткие данные об истории создания и развития в России и в мире метода молекулярного наплаивания, известного за рубежом как метод атомно-слоевого осаждения (АСО) (Atomic layer deposition – ALD). В настоящее время нанотехнология молекулярного наплаивания (МН) находит все большее применение в микро- и нанoeлектронике для создания нанопокровов различного функционального назначения. Рассмотрены перспективы организации промышленного производства отечественных установок молекулярного наплаивания (УМН), приведены результаты по созданию и основным характеристикам проточно-вакуумных УМН.

1. Введение

Настоящее сообщение посвящено результатам работ по организации промышленного производства установок молекулярного наплаивания проточно-вакуумного типа, реализуемых в совместных НИОКР между подразделениями Санкт-Петербургского государственного технологического института (технический университет) (СПбГТИ) кафедрой химической нанотехнологии и материалов электронной техники (ХНиМЭТ), Первым Всероссийским инжиниринговым центром технологии молекулярного наплаивания (ИЦТМН) и Обществами с ограниченной ответственностью «Ботлихский радиозавод» (ООО «БРЗ»), «Инжиниринговый центр молекулярного наплаивания» (ООО «ИЦМН»). Работы проводятся в рамках выполнения комплексного проекта по теме «Создание высокотехнологичного производства оборудования для нанесения функциональных нанопокровов по технологии молекулярного наплаивания» и в рамках реализации федерального проекта «Развитие инфраструктуры для научных исследований и подготовки кадров «национального проекта «Наука и университеты» Минобрнауки РФ. В сообщении представлены краткие данные об истории создания и развития в России и в мире метода молекулярного наплаивания, известного за рубежом как метод атомно-слоевого осаждения (АСО) (Atomic layer deposition – ALD), который в настоящее время является одним из перспективных приемов создания нанопокровов различного функционального назначения.

2. Истоки метода молекулярного наплаивания и его синтетические возможности

Теоретические основы метода МН были заложены в сформулированной в 1952 г. В.Б. Алесковским «остовой» гипотезе и экспериментально обоснованы им в начале шестидесятых годов прошлого века совместно с С.И. Кольцовым [1-3]. Именно с конца восьмидесятых годов прошлого века и по настоящее время число статей и конференций в мире по методу МН стало

расти в геометрической прогрессии, как это следует из данных, представленных в обзоре [4] и на рисунке 1. На рисунке 2 представлена информация о работах в области МН в различных странах.

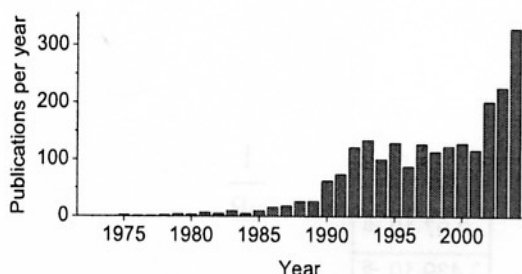


Рисунок 1. Динамика публикаций по МН в мире.



Рисунок 2. Развитие МН в мире.

Основная идея метода МН состоит в последовательном наращивании монослоев структурных единиц заданного химического состава и строения на поверхности твердофазной матрицы за счет реализации химических реакций между функциональными группами твердого тела и подводимыми к ним реагентами в условиях максимального удаления от равновесия. При этом процесс носит самоорганизующийся характер, т.к. после вступления в реакцию всех доступных функциональных групп на поверхности подложки формируется не более одного мономолекулярного слоя.

Схема процесса химической сборки наноструктур на поверхности твердого тела методом МН, представленная на рисунке 3, а также анализ имеющихся экспериментальных данных свидетельствуют, что методом МН возможно синтезировать на поверхности твердофазной матрицы как наноструктуры различного химического состава (монослой, в том числе, многокомпонентные, рисунок 3, в), так и осуществлять поатомную химическую сборку поверхностных нано-, микро- и макроструктур путем многократного чередования химических реакций по заданной программе (рисунок 3, а, б). Главным требованием при проведении воспроизводимого синтеза по методу МН является осуществление различных стадий взаимодействия реагентов (AC_4 , AB_4 , NB_4 , NC_4 , MC_4 , рисунок 3) с функциональными группами (ФГ) твердого тела (В, С, рисунок 3) в условиях максимального удаления от равновесия.

Важно подчеркнуть, что толщина (или масса) формируемого нанослоя определяется не временем пропускания реагентов, а числом циклов молекулярного наслаивания, включающим набор определенных химических реакций.

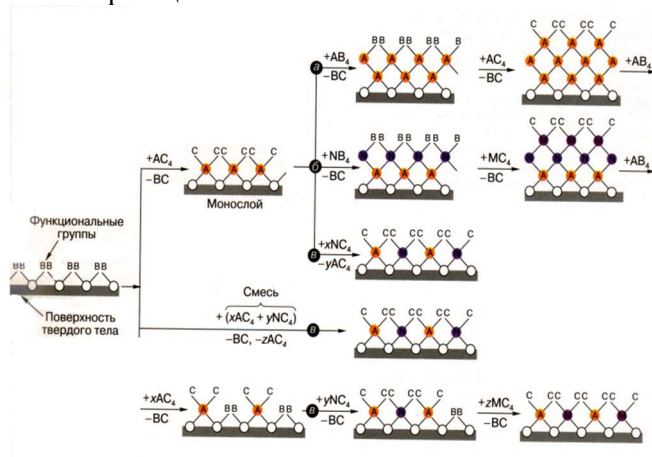


Рисунок 3. Химическая сборка поверхности твердых тел методом молекулярного наслаивания.

3. Аппаратурно-технологическое оформление процесса молекулярного наслаивания

Особое значение процесс молекулярного наслаивания (МН) приобретает в нанoeлектронике и других отраслях для формирования покрытий толщиной в диапазоне от долей нанометра до нескольких сотен нанометров с точностью задания толщины на уровне мономолекулярного слоя. Технология на принципах метода МН (НТМН) позволяет формировать на полупроводниковых пластинах и других подложках высоковоспроизводимые, конформные, связанные химическими связями с поверхностью нанопокрyтия, толщина которых определяется не временем напуска реагентов, а числом циклов реализуемых химических реакций (циклы МН) на поверхности твердотельной матрицы (рисунок 3).

Учитывая высокую востребованность на рынке нанoeлектроники технологии МН, важным направлением ее коммерциализации является наличие необходимого технологического оборудования и реагентов. В последние десятилетия на рынок России поступали, в основном, зарубежные образцы установок молекулярного наслаивания (УМН), которые используются, в первую очередь, в учебных и академических организациях с целью проведения научных исследований. Единичные установки МН производятся в России отдельными группами ученых. Однако для реального сектора экономики этого явно недостаточно.

В исследованиях по созданию нанотехнологии и оборудования для химической сборки материалов методом молекулярного наслаивания можно выделить три основных направления [5]:

1) проточная нанотехнология, преимущественно, для модифицирования высокодисперсных и пористых материалов (неорганические и органические наполнители, пигменты, пористые сорбенты, носители гетерогенных катализаторов, люминофоры, порошки для синтеза керамики, волокна и др.), характеризующиеся развитой поверхностью и большим отношением величины поверхности к объему;

2) вакуумная нанотехнология для получения материалов полупроводниковой техники, тонких пленок в нано-, микро- и оптоэлектронике и т.п., т.е. процессы, где в качестве матриц используют объекты с большим отношением объема к величине поверхности;

3) комбинированная проточно-вакуумная нанотехнология.

Проведенные исследования по синтезу наноструктур (оксидных, нитридных, углеродных, сульфидных, металлических) на поверхности матриц различной химической природы (диэлектрики, полупроводники, металлы, стекла, полимеры и др.) показали, что во всех случаях необходимо реализовать определенную последовательность одних и тех же физико-химических стадий: 1) подготовка поверхности матрицы к проведению синтеза - формирование требуемого состава и расположения функциональных групп, например, путем термообработки или иным видом физико-химического воздействия (плазма, ультрафиолетовое облучение, лазерное излучение и др.); 2) стадия химической реакции соответствующего низкомолекулярного реагента с поверхностными функциональными группами - стадия хемосорбции; 3) удаление не вступившего в реакцию избытка реагента и газообразных продуктов реакции - стадия десорбции.

Указанные стадии могут повторяться требуемое число раз. Химический состав, структура, а, следовательно, и свойства продуктов с модифицированной поверхностью определяются соблюдением требуемой последовательности названных операций и химико-технологическими параметрами процесса - температурой, концентрацией реагентов, скоростью подвода и отвода газообразных веществ.

Выбор того или иного варианта аппаратурного оформления процесса МН в значительной степени определяется видом и формой твердофазной матрицы, на поверхности которой необходимо сформировать функциональное нанопокрyтие. При использовании сыпучих материалов целесообразно использовать проточный вариант установки, например, цилиндрический аппарат с решетчатой перегородкой (типа адсорбера). При этом существенное влияние на скорость процесса синтеза оказывает гидродинамический режим в системе «газ – твердое». Например, синтез может быть реализован в условиях неподвижного, движущегося, псевдооживленного слоя твердой фазы.

При нанесении нанопокровтий на поверхность подложек с малым отношением поверхности к объему, к которым относятся различные виды полупроводниковых пластин, стеклянные корпуса рентгеновских трубок, оптические кварцевые волокна и др., целесообразно применять вакуумные или проточно-вакуумные установки.

Вакуумную технологию химической сборки материалов характеризует ряд отличительных особенностей, дающих ей определенные преимущества при использовании объектов с относительно малой удельной поверхностью, например, кристаллов, крупнодисперсных металлических порошков, полупроводниковых пластин и др.:

- быстрота протекания поверхностных реакций вследствие отсутствия диффузионных затруднений в условиях малых давлений;
- достаточно высокая чистота процесса, обусловленная как малой концентрацией загрязняющих примесей в вакууме, так и относительно высоким значением отношения парциального давления паров используемого реагента к давлению остаточных газов (до 10^{-5});
- малые количества расходуемых реагентов.

На рисунке 4 представлены лабораторные проточно-вакуумные УМН, на которых проводятся исследования по нанесению функциональных покрытий на кварцевые волокна, использующиеся для создания волоконно-оптических датчиков, эксплуатирующихся в экстремальных условиях (а) [6], а также на внутреннюю поверхность рентгеновских трубок (б) [7].

Указанные лабораторные установки применяются также при проведении лабораторных работ студентами кафедры ХНиМЭТ, ИЦТМН в СПбГТИ(ТУ).



а



б

Рисунок 4. Лабораторные автоматизированные УМН проточно-вакуумного типа для нанесения титаноксидных нанопокровтий на торец оптических волокон и на внутреннюю поверхность стеклянных корпусов рентгеновских трубок (б).

В последние годы в рамках выполнения проектов по организации промышленного производства УМН проточно-вакуумного типа разработана конструкторская и технологическая документация и создана серия опытных образцов таких устройств, проведены их испытания. На рисунке 5 представлен один из таких опытных образцов УМН: 3д изображение (а), общий вид УМН (б), корпус которой изготовлен из композиционного материала. Вакуумный насос, блок автоматизации и емкости с реагентами расположены внутри корпуса (в), Реакционная камера объемом до 3 л (г). На установке обрабатываются процессы создания оксидных нанопокровтий титана, алюминия, циркония и др. на различных подложках: пластины монокристаллического кремния диаметром 100 мм, стеклянные подложки размером 50x50 мм, стеклянные корпуса рентгеновских трубок, полимерные и неорганические электретные материалы.



Рисунок 5. Пилотная автоматизированная УМН: 3д изображение (а), общий вид (б), блоки автоматизации, реагентов и откачного средства (в), реакционная камера (г).

К настоящему времени создана серия УМН, различающиеся, в основном, размерами реакционной камеры: от щелевого реактора для пластин диаметром 200 мм до камеры объемом 30 л для обработки крупногабаритных изделий.

4. Заключение

Анализ ситуации с созданием отечественных установок молекулярного наслаивания, позволяющих перейти на топологический размер менее 7 нм позволяет сделать следующие выводы.

В России имеется существенный фундаментальный задел по синтезу методом молекулярного наслаивания оксидных нанопокровов с точностью задания толщины на атомном уровне. Созданы лабораторные установки МН, на которых экспериментально обосновано получение указанных нанопокровов на различных подложках.

К настоящему времени имеется комплект конструкторской и технологической документации для организации промышленного производства отечественного оборудования молекулярного наслаивания. С учетом действующих проектов, результатом завершения которых в 2023 г. является передача в реальный сектор экономики всей необходимой технической документации на установки молекулярного наслаивания проточно-вакуумного типа, с 2024 года может быть запущен процесс отечественного производства указанного оборудования.

Работы в области создания технологического оборудования проводятся при частичной финансовой поддержке Минобрнауки России (соглашения № 075-11-2021-037 от 24.06.2021 и № 075-15-2021-028 от 24.03.2021).

Список литературы

- [1] Кольцов С.И., Алесковский В.Б. Журн. Физ.Хим. 1968. Т. 42. С. 1210.
- [2] Алесковский В.Б. // Журн. Прикл. Хим. 1974. Т. 47. Вып. 10. С. 2145.
- [3] А.А. Малыгин. Нанотехнология молекулярного наслаивания (обзор). Российские нанотехнологии, 2007, том 2, №№ 3-4, апрель, стр. 87 - 100
- [4] R. Puurunen. Journal of Applied Physics. 2005. V.97. P. 121301.
- [5] Малыгин А.А., Ежовский Ю.К. Оборудование процесса химической сборки материалов: Учеб. пособие. - Л.: ЛТИ им. Ленсовета, 1987. - 96 с.
- [6] А.М. Рогов, Т.С. Павленко, А.А. Малыгин. Оптические кварцевые волокна с функциональными титаноксидными нанопокрытиями. Известия СПбГТИ(ТУ), № 8 (34), 2010, с. 38 – 41.
- [7] Г.Л. Брусиловский, Н.А. Куликов, А.А. Малков, А.А. Малыгин, В.А. Силин. Рентгеновские трубки: устройство, применение, проблемы электрической прочности и нанотехнологические подходы ее повышения (учебное пособие). Изд. СПбГТИ(ТУ), СПб, 2012, 184 с.

Исследование фазового состава плазменного покрытия системы $ZrO_2 - Al_2O_3$

А Л Митрофанов, А А Лозован, С Я Бецофен и А С Ленковец
ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)», 125993, Москва, Россия

E-mail: andrewmitrq@gmail.ru

Аннотация. На основе смеси порошков полностью стабилизированного кубического диоксида циркония и оксида алюминия получено покрытие, в котором наблюдаются очень слабый рефлекс моноклинной модификации оксида циркония ($m-ZrO_2$), а также увеличение содержания $\gamma-Al_2O_3$. Проведено сравнение с ранее полученным сплавом системы $ZrO_2(CaO) + Al_2O_3$.

1. Введение

Актуальной задачей остается разработка жаростойкого покрытия, способного работать при термоциклическом нагружении до 1500 °С. Особенностью подобного покрытия является многослойная структура, обеспечивающая градиентный переход с учётом термических коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) от материала к рабочему слою. Теплозащитным слоем, как правило, является диоксид циркония (ZrO_2), стабилизированный оксидами редкоземельных и щелочных металлов. Наиболее популярными стабилизаторами можно выделить MgO , CaO , Y_2O_3 , Yb_2O_3 и Ce_2O_3 .

Для повышения термоциклических характеристик необходимо разработать состав теплозащитного слоя с близкими ТКЛР и обеспечивающим окислительную стойкость.

Оксид алюминия (Al_2O_3) многие годы применяется в качестве жаростойких покрытий, керамики или огнеупорного материала. Его применение обусловлено высокой стойкостью к окислению вплоть до температуры 1400 °С. Для повышения рабочих температур и термоциклических характеристик целесообразно использовать гибридный состав со стабилизированным диоксидом циркония. Одними из параметров, влияющих на термоциклические свойства, является наличие термостабильных фаз и отсутствие фазовых переходов при температуре с изменением объема.

Ранее в работе [1] проводили эксперимент по получению сплава стабилизированного оксида циркония с оксидом алюминия, который показал наличие равномерного распределения элементов в покрытии, но при этом наблюдался многофазовый состав.

Поэтому основной задачей исследования в настоящей работе является получение покрытия системы $ZrO_2(CaO) + Al_2O_3$ из смеси порошков, определение фазового состава после плазменного напыления и анализ в сравнении с ранее полученным сплавом.

2. Экспериментальная часть

Для получения высокотемпературной модификации диоксида циркония использовали метод индукционного переplava в «холодном» тигле [2]. В качестве исходного сырья использовали бадделеитовую руду и оксид кальция. Предварительно подготовленная исходная шихта расплавляется и путем перемещения тигля относительно индуктора понижается температура в нижней точке расплава, начиная его кристаллизацию. Полученный слиток подвергается дроблению и размолу, очистке от металлических примесей при измельчении и отсеvu необходимой фракции [3].

Текучесть полученных порошков определяли с помощью воронки «Холла» по ГОСТ 20899.

Химический состав порошков определяли на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Jeol JSM-6610LV с энергодисперсионным анализатором Oxford Instruments Advanced Aztec методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) и микрорентгеноспектральным анализом (МРСА).

Качественный анализ фазового состава порошков проводили на рентгеновском дифрактометре Empyrean ("PANalytical B.V.", Нидерланды). Идентификацию фаз проводили с помощью специализированной компьютерной программы HighScore Plus для фазового анализа со встроенной базой справочных стандартов PAN-ICSD (inorganic Crystal Structure Database).

Смесь порошков системы $ZrO_2(CaO) + Al_2O_3$ фракцией 40-63 мкм перемешивали в смесителе в соотношении 30 + 70 масс. % соответственно и высушивали при температуре 200 °С.

Далее методом плазменного напыления смешанный порошок системы $ZrO_2(CaO) + Al_2O_3$ наносили на образцы муллита размером 10x15x1.5 мм, предварительно обработанный при помощи абразивоструйного аппарата.

Съемку дифрактограмм осуществляли на рентгеновском дифрактометре «SHIMADZU XRD-600» с высокотемпературной приставкой HA-1001, в атмосферной среде.

3. Результаты и обсуждения

Слиток стабилизированного диоксида циркония, полученный методом индукционного переплава в «холодном» тигле, измельчили до фракции 40-63 мкм.

Текучесть полученных порошков $ZrO_2(CaO)$ составила ~ 60 сек, что удовлетворяет предъявленным требованиям.

Согласно МРСА порошков $ZrO_2(CaO)$ (таблица 1) содержание CaO составляет 7.05 масс. %. В большинстве литературных источников утверждается, что достижение полной стабилизации ZrO_2 возможно только при содержании CaO более 7.9 масс. % [4-6]. Данный метод позволяет сократить это содержание. Количество ZrO_2+HfO_2 составляет 91.42 масс. %, что удовлетворяет требованиям к порошковым композициям данных систем.

Таблица 1. Химический состав полученных порошков $ZrO_2(CaO)$.

Химический элемент	Содержание, масс. %
ZrO_2+HfO_2	91.42
CaO	7.05
SiO_2	0.81
TiO_2	0.51
Al_2O_3	0.13
MgO	0.08

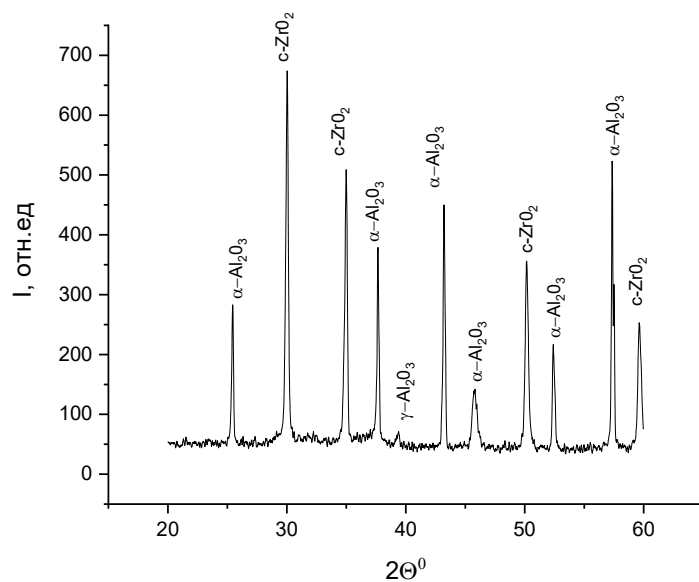
Результат идентификации порошка $ZrO_2(CaO)$ (таблица 2) показывает наличие только фазы кубического диоксида циркония (c- ZrO_2).

Таблица 2. Результат идентификации порошков $ZrO_2(CaO)$ на рентгеновском дифрактометре Empyrean.

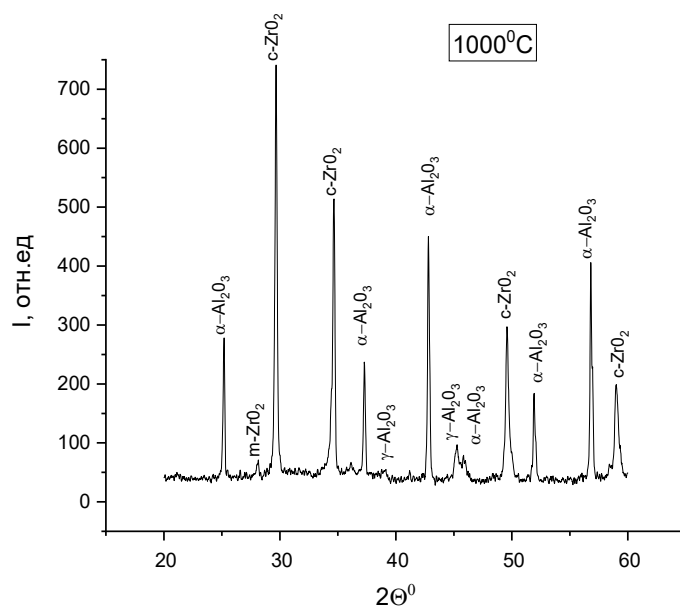
№	Название соединения	Химическая формула	Кристаллическая система	Содержание [%]
1	Диоксид циркония	$Ca_{0.2}ZrO_{0.8}O_{1.8}$	Cubic (F m -3 m)	100

После смешивания синтезированного $ZrO_2(CaO)$ с Al_2O_3 , полученную порошковую смесь просушили и наносили на образцы муллита. Рентгенограммы полученного покрытия (рисунок 1, а), полученные съемкой при комнатной температуре и при 1000 °С (рисунок 1, б), на которых присутствуют рефлексы кубического оксида циркония c- ZrO_2 , $\alpha-Al_2O_3$ и $\gamma-Al_2O_3$. После

нагрева до 1000 °С появляется очень слабый рефлекс моноклинной модификации оксида циркония (*m*-ZrO₂), а также увеличение содержания γ -Al₂O₃.



a



б

Рисунок 1. Рентгенограмма покрытия при комнатной температуре (а) и при 1000 °С (б).

В работе [1] синтез системы ZrO₂(CaO) + Al₂O₃ методом индукционного переплава в «холодном» тигле позволил получить порошковую смесь в том же соотношении, но результат фазового анализа покрытия показал наличие 6 фаз (таблица 3).

Таблица 3. Результат идентификации нанесенного покрытия на рентгеновском дифрактометре Empyrean.

№	Название соединения	Химическая формула	Кристаллическая система	Содержание [%]
1	Бадделеит	ZrO ₂	Monoclinic (P 1 21/c 1)	31
2	Диоксид циркония	ZrO ₂	Tetragonal (P 42/n m c)	11
3	Аркелит	ZrO _{2.12}	Cubic (F m -3 m)	2
4	Корунд (α -Al ₂ O ₃)	Al ₂ O ₃	Hexagonal (R -3 c)	28
5	Хибонит 5Н	CaAl ₁₂ O ₁₉	Hexagonal (P 63/m m c)	14
6	Оксид алюминия (γ -Al ₂ O ₃)	Al _{12.666} O _{3.999}	Cubic (F m -3 m)	14

Данное покрытие имело равномерное распределение элементов, но в связи с многофазностью и нестабильностью большинства фаз при напылении происходят фазовые переходы, что ведет к расслоению в покрытии.

В настоящей работе данная порошковая смесь имеет 3 фазы, но при нагреве наблюдаются также фазовые переходы. Одно из достоинств нынешнего покрытия – это устранение взаимодействия CaO с Al₂O₃, вследствие чего не образовалось соединение CaAl₁₂O₁₉, а сам ZrO₂ не переходил в моноклинную фазу в настолько большом объеме.

В дальнейших работах необходимо провести дополнительный отжиг многофазной порошковой смеси, нанести покрытие и провести анализ до и после нагрева на наличие фазовых переходов в покрытии.

4. Заключение

Методом индукционного переплава в «холодном» тигле получены порошки полностью стабилизированного диоксида циркония фракцией 40-63 мкм. В соотношении 30/70% была смешана система ZrO₂(CaO) + Al₂O₃ и нанесена плазменным напылением на образцы с покрытием. Образцы с покрытием были нагреты до 1000 °С, где обнаружили появление небольшого количества моноклинной модификации оксида циркония (m-ZrO₂), а также увеличение содержания γ -Al₂O₃. Для определения возможности работы данной порошковой системы необходимо провести дополнительные исследования.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 23-49-00098).

Список литературы

- [1] Митрофанов А Л, Лозован А А, Иванов Н А, Ленковец А С 2022 Вакуумная техника и технологии 29 236-9.
- [2] Митрофанов А Л, Лозован А А 2023 Гагаринские чтения 49 PhD Thesis.
- [3] Митрофанов А Л, Колотенко И Р 2020 Новые материалы и технологии в ракетно-космической, авиационной и других ведущих высокотехнологичных отраслях промышленности 16 8-16.
- [4] Горелов В П 2019 Физика твердого тела 61 1346-51.
- [5] Вафин С М, Хван В И 2011 Достижения и перспективы 1 20.
- [6] Stubican V S 1977 J. Am. Ceram. Soc. 60 534-37.

Низкотемпературное ионное азотирование титанового сплава ВТ6

А Ф Тагиров и Р Д Агзамов

Уфимский университет науки и технологий, 450076, Уфа, Россия

E-mail: ainurtagirov@mail.ru

Abstract. В данной работе представлены результаты низкотемпературного ионного азотирования титанового сплава. Представлены результаты рентгеноструктурного анализа после ионного азотирования. Повышение температуры ионного азотирования ведет к увеличению содержания нитридов титана в структуре образцов. Проведены замеры остаточных напряжений в поверхностном слое образцов.

1. Введение

Титановые сплавы занимают важное место среди современных конструкционных материалов благодаря удачному сочетанию физических, механических и технологических свойств [1-3].

Тонкий поверхностный слой деталей играет важную роль в сопротивлении усталости и имеет иные механические, физические, химические свойства и напряженное состояние, чем в основной части материала. Качество поверхностного слоя может быть охарактеризовано шероховатостью, физико-химическим состоянием поверхностного слоя и в первую очередь поверхностными остаточными напряжениями. Поэтому придание поверхностям деталей специальных свойств и повышения качества поверхностного слоя, способствует существенному повышению показателей их надежности [4].

В настоящее время в современной машиностроении для повышения долговечности и надежности машин в большинстве случаев используется химико-термическая обработка, обеспечивающая высокое сопротивление коррозии и повышающая сопротивление усталостному разрушению деталей машин. К примеру, после ионного азотирования можно в широких пределах изменять микротвердость, остаточные сжимающие напряжения, фазовый состав поверхностного слоя и повышать предел выносливости различных материалов [4,5].

Ионное азотирование является одним из наиболее распространенных методов модифицирования поверхности титановых сплавов. Для титана и его сплавов возможно применение не только высокотемпературного (850-950 °С), но и низкотемпературного (450-600 °С) ионного азотирования, которое стало возможным благодаря появлению, исследованию и применению различных способов интенсификации процесса насыщения поверхности азотом.

Азотирование титановых сплавов при высоких температурах приводит к росту кристаллитов, изменению микроструктуры и снижению служебных характеристик основного материала. Поэтому основной целью низкотемпературного процесса ионного азотирования титановых сплавов является создание небольшого упрочненного поверхностного слоя с сохранением высокого уровня механических свойств, полученных предварительной упрочняющей термической или другими методами обработки [1].

Таким образом, в данной работе рассматривается возможность применения низкотемпературного ионного азотирования к титановым сплавам, с целью сохранения высокого уровня механических свойств материала, изменения фазового состава поверхностного слоя и формирования сжимающих остаточных напряжений на поверхности образцов.

2. Методика проведения исследования

Исследования выполнялись на примере широко применяемого в промышленности двухфазного титанового сплава ВТ6.

Проведена серия экспериментов по низкотемпературному ионному азотированию в тлеющем разряде. Ионное азотирование проводили на пластинах размером $80 \times 10 \times 1$ мм в интервале температур $T=450-600$ °С и длительности $t=1$ час.

Измерения микротвердости по глубине азотированного слоя проводили по методу восстановленного отпечатка в соответствии с ГОСТ 9450-76 с помощью микротвердомера Struers Duramin-1/-2. Глубину упрочненного слоя определяли по кривой распределения твердости до значения твердости исходного материала.

Определение фазового состава исследуемых образцов после ионного азотирования проводили при помощи дифрактометра общего назначения с вертикальным гониометром фирмы Shimadzu XRD-6000.

Для определения влияния режимом азотирования на величину остаточных напряжений использовалась методика прецизионного измерения изменений межплоскостных расстояний, определяемых по смещению дифракционной линии. Измерение осуществлялось на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-4».

3. Результаты исследования и их обсуждение

Одним из важнейших параметров, контролирующих свойства азотированных деталей, является их температура во время обработки, поскольку распространение азота вглубь поверхности материала происходит под действием термически активированной диффузии.

Измерения микротвердости на поверхности образцов показали, что после азотирования, наблюдается увеличение поверхностной микротвердости, которое связано с образованием на поверхности образцов нитридной пленки, имеющий золотистый оттенок, и наличием диффузионного слоя.

Таблица 1. Результаты микротвердости.

Температура обработки, °С	Глубина модифицированного слоя, мкм	Степень упрочнения, %
После ионного азотирования в тлеющем разряде		
450 °С	8	19
500 °С	12	20,5
550 °С	14	24,9
600 °С	18	32

Результаты замеров микротвердости по глубине модифицированного слоя показывают, что температура ионного азотирования оказывает существенное влияние на глубину азотированного слоя. Так, например, при азотировании в тлеющем разряде, повышение температуры с 450 °С до 600°С приводит к увеличению глубины азотированного слоя с 8 мкм до 18 мкм.

На рисунке 1 представлена дифрактограмма титанового сплава ВТ6 после низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде.

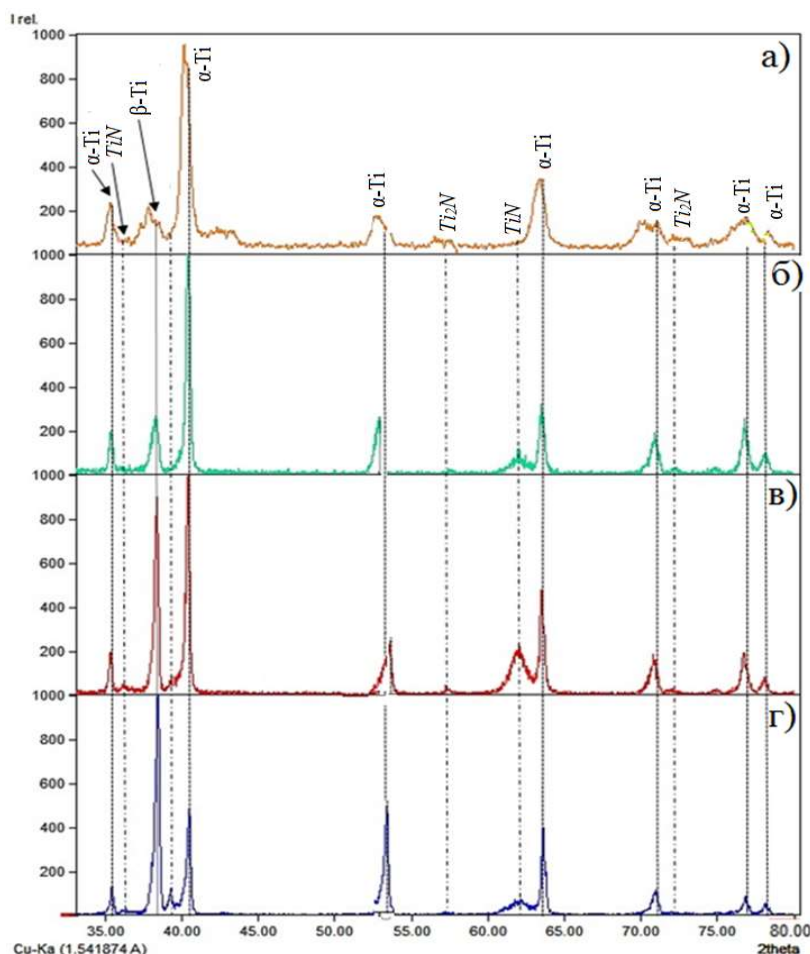


Рисунок 1. Дифрактограмма сплава ВТ6 после ионного азотирования: 450 °С (а), 500 °С (б), 550 °С (в), 600 °С (г).

Результаты рентгеноструктурного исследования образцов после низкотемпературного ионного азотирования показали некоторые изменения в фазовом составе материала. На дифрактограммах всех образцов наблюдаются пики интенсивности, соответствующие α - и β - фазам сплава ВТ6 и фазе на основе нитрида титана. При повышении температуры азотирования содержание нитридов титана в поверхностном слое образцов увеличивается, что в свою очередь обуславливает рост поверхностной микротвердости и глубины модифицированного слоя. Рефлексы α -Ti на образцах, обработанных при температуре 450-500 °С несколько смещены относительно первичных углов дифракции, что, вероятно, свидетельствует об увеличении периода решетки вышеуказанных фаз, образования альфа-раствора азота и формирования остаточных напряжений 3-го рода в поверхностном слое образцов.

Усталостная прочность деталей в значительной степени зависит от знака и величины поверхностных остаточных напряжений. Известно, что с увеличением величины остаточных растягивающих напряжений усталостная прочность деталей уменьшается, сжимающие напряжения, наоборот, в большинстве случаев оказывают значительное влияние на сопротивление усталости деталей [3]. В таблице 2 представлены результаты замеров остаточных напряжений в поверхностном слое образцов.

Таблица 2. Значения остаточных напряжений на образцах.

№ образцов	Температура обработки $T, ^\circ\text{C}$	Длительность обработки $t, \text{ч}$	Значения остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}, \text{МПа}$
Исходный			+10±10
после ионного азотирования в тлеющем разряде			
1	450	1	-232±10
2	500	1	-193±10
3	550	1	-82±10
4	600	1	-81±10

По результатам таблицы 2 видно, что повышение температуры процесса ионного азотирования ведет к уменьшению величины остаточных поверхностных сжимающих напряжений. Так после обработки при температуре 450 °С величина остаточных напряжений составляет -232 МПа, а после обработки при температуре 600 °С – -81 МПа. Уменьшение величины поверхностных остаточных напряжений в результате повышения температуры ионного азотирования объясняется появлением нитридов в структуре материала, удельный объем которых меньше, чем альфа-раствора азота.

4. Выводы

После низкотемпературного ионного азотирования в тлеющем разряде на образцах из титанового сплава ВТ6 наблюдается увеличение микротвердости. Показано, что после ионного азотирования при относительно низких температурах ($T=450-600$ °С) на поверхности всех образцов наблюдаются пики интенсивности, которые соответствуют α - и β - фазам сплава ВТ6 и фазе на основе нитрида титана. При относительно низких температурах ($T=450-500$ °С) наблюдается смещение пиков интенсивности α -Ti, что свидетельствует о наличии альфа-раствора азота. Установлено что температура ионного азотирования влияет на знак и величину остаточных напряжений. Так после обработки при температуре 450 °С величина остаточных напряжений составляет -232 МПа, а после обработки при температуре 600 °С – -81 МПа.

Благодарности

Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Государственного задания «Исследование физико-химических и механических процессов при формообразовании и упрочнении деталей для авиакосмической и транспортной техники» № FEUE-2023-0006.

Список литературы

- [1] Панайоти И А и Соловьев Г В 1996 МиТОМ **5** 28-31.
- [2] Смолякова М Ю и Вершинин Д С 2011 Перспективные материалы **1** 478-82.
- [3] Лопатин И В и Ахмадеев Ю Х 2011 Научные ведомости Белгородского государственного университета **22** 180–86.
- [4] Смыслов А М, Смыслова М К и Дубин А И 2012 Вестник УГАТУ **46** 24–9.
- [5] Смыслов А М, Смыслова М К, Дубин А И, Сазанов В П и Павлов В Ф 2016 Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки **37** 121–130.

Разработка технологии вакуумного нанесения пассивационных слоев для резонаторов инжекционных лазеров

А В Фомин, Е А Анашкин, М В Лупачев и Е М Филоненко

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», Снежинск, 456770, Россия

E-mail: dep5@vniitf.ru

Аннотация. В работе представлены результаты разработки технологии ионно-лучевого нанесения пассивационных слоев для резонаторов инжекционных лазеров. Разработка заключалась в обзоре существующих технологических решений пассивации торцов резонаторов, расчете оптических свойств выбранной систем слоев Si/Al₂O₃ и TiO₂, определении режимов для предварительной ионной очистки торцов, а также определении режимов ионно-лучевого нанесения слоев Si/Al₂O₃ и TiO₂. На основании проведенных исследований электрооптических характеристик инжекционных лазеров сделаны выводы об эффективности примененной технологии пассивации.

1. Введение

На сегодняшний день мощные полупроводниковые ЛД широко применяются во многих отраслях науки и техники, в частности используются в качестве источников оптического излучения для накачки волоконных и твердотельных лазеров. Ключевым фактором ограничения максимально достижимых мощностей оптического излучения ЛД является оптическая прочность диэлектрических зеркал на торцах ЛД. Согласно многочисленным исследованиям [1-3], неудовлетворительная подготовка поверхности граней полупроводникового кристалла, на которые впоследствии наносятся диэлектрические зеркала, является причиной появления поверхностных центров безызлучательной рекомбинации, ведущих к перегреву и деградации зеркал за счёт поглощения высокоинтенсивного лазерного излучения. Общеизвестным методом подготовки граней является их пассивация, например, с помощью химической обработки или нанесения специальных покрытий, предотвращающих взаимодействие с атмосферой [4-6].

Наиболее используемыми методами нанесения покрытий являются электронно-лучевое нанесение [7], магнетронное распыление [8] а также ионно-лучевое нанесение [9]. Последний метод обладает рядом преимуществ, поскольку позволяет получать покрытия высокой плотности, низким коэффициентом поглощения в видимом и инфракрасном диапазонах [9], а также контролировать стехиометрический состав за счет непосредственного регулирования соотношения расходов газов, энергий и тока ионов. В свою очередь, вопрос применения метода ионно-лучевого нанесения для формирования пассивационных покрытий на торцах инжекционных лазеров характеризуется небольшим количеством работ и требует всестороннего изучения. Таким образом, целью данной работы являлось исследование особенностей применения ионно-лучевого нанесения с последующей разработкой собственной технологии пассивации резонаторов лазерных излучателей. Работа включала проектирование пассивационных покрытий, исследование режимов ионной очистки торцов и режимов нанесения слоев диэлектрических материалов, входящих в состав конструкции пассивационных покрытий, а также исследование и сравнение электрооптических характеристик изготавливаемых инжекционных лазеров спектрального диапазона 915-980 нм с применением различных схем пассивации.

2. Проектирование конструкций пассивационных и оптических покрытий

В конструкции инжекционного лазера плоско-параллельный резонатор Фабри-Перо образован двумя сколотыми торцами полупроводникового кристалла GaAs со значением коэффициента $R \sim 30\%$. Нанесение пассивационных и оптических слоев на торцы инжекционных лазеров осуществляется с целью уменьшения количества центров безызлучательной рекомбинации, защиты сколотых поверхностей от внешнего воздействия, а также с целью получения определенных коэффициентов отражения на выходном и заднем торцах резонатора – до 10% (полупрозрачное зеркало – AR) и более 95% (глухое зеркало – HR) соответственно – для того чтобы практически вся излучаемая мощность выходила через один торец резонатора.

На основании обзора научно-исследовательской литературы и патентной документации [10-13] в качестве пассивационных слоев для первого эксперимента была выбрана система Si/Al₂O₃, в которой слой кремния выступает в роли геттера для захвата молекул воды и кислорода с поверхностей сколов, а оксид алюминия – в роли слоя для отвода тепла на границе раздела скол – оптическое покрытие. Для второго эксперимента в качестве слоя пассивации был выбран TiO₂, объединяющий в себе обе вышеназванные функции. Обе системы выполняют также роль оптических покрытий в конструкциях полупрозрачных зеркал для выходных торцов резонаторов инжекционных лазеров. Расчёт коэффициентов отражения оптических покрытий с учетом слоев пассивации представлен в таблице 1.

Таблица 1. Рассчитанные конструкции оптических покрытий торцов резонаторов с учетом пассивационных слоев для материала подложки GaAs.

Эксперимент	Покрытие	Конструкция		R, %
		Пассивация	Оптические слои	
1	AR	Si (0,07QWOT)/ Al ₂ O ₃ (1QWOT)		<10
	HR	Si (0,07QWOT)/ Al ₂ O ₃ (0,15QWOT)	SiO ₂ (1QWOT) / TiO ₂ (1QWOT) 5 пар	>95
2	AR	TiO ₂ (0,5QWOT)/ SiO ₂ (0,5QWOT)		<10
	HR	TiO ₂ (0,2QWOT)	SiO ₂ (1QWOT) / TiO ₂ (1QWOT) 5 пар	>95

Прим. В таблице QWOT – quarter wave optical thickness – оптическая толщина равная четверти длины волны излучения.

3. Отработка режимов ионной очистки сколотых торцов резонаторов инжекционных лазеров

Имеющаяся установка ионно-лучевого нанесения оснащена двумя ионными пушками типа Кауфман, одна из которых позволяет осуществлять предварительную очистку поверхности образцов ионами газов с энергиями 100-1000 эВ. На сегодняшний день в разрабатываемой технологии в качестве газа для ионной очистки используется аргон, ионы которого эффективны в удалении поверхностных окислов GaAs [11], но также могут существенно растравливать поверхность полупроводника в случае неправильно подобранных режимов обработки.

Последующие исследования были направлены на отработку технологии очистки сколотых граней полупроводниковых структур и заключались в определении оптимальных расхода аргона и энергий ионов. Отработка производилась на образцах инжекционных лазеров в виде линеек лазерных диодов (ЛЛД), предварительно собранных в оснастку на установке сборки ЛЛД в стопу. Поверхности ЛЛД исследовались на оптическом и атомно-силовом микроскопах для определения загрязнений и параметров рельефа соответственно. В таблице 2 приведены значения R_{\max} для поверхностей до и после обработки при различных энергиях ионов аргона в течение 10 минут при постоянном расходе аргона 30 см³/сек.

Таблица 2. Параметры рельефа поверхности ЛЛД при различных энергиях ионов аргона.

№ ЛЛД	Энергия ионов, эВ	R _{max} , нм до обработки	R _{max} , нм после обработки
1	100	1,3	6,3
2	100	1,4	6,5
3	300	2,0	16,4
4	300	4,0	34,9

Таким образом, при прочих заданных режимах, изменение параметров рельефа после обработки ионами 100 эВ составляет ~ 5 раз, тогда как увеличение энергии ионов до 300 эВ ведет к увеличению шероховатости поверхности до 8-9 раз по сравнению с начальными значениями. Визуальный анализ поверхности торцов ЛЛД до и после обработки позволяет говорить об эффективности удаления загрязнений уже при 100 эВ в течение 10 минут при постоянном расходе аргона 30 см³/сек (рисунок 1).

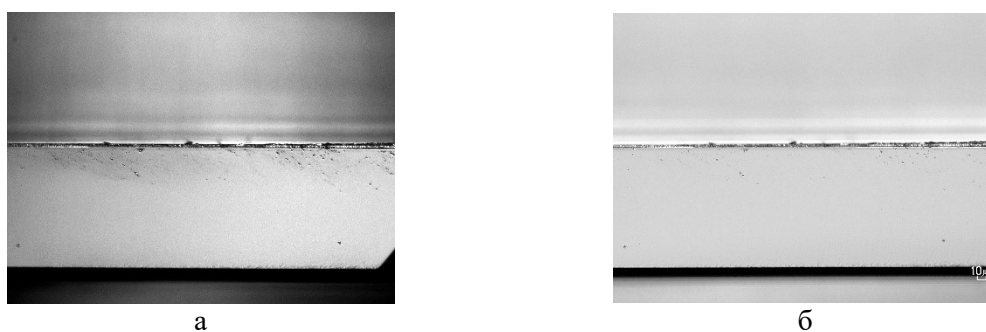


Рисунок 1. Оптическая фотография поверхности торца ЛЛД до (а) и после (б) обработки поверхности ионами Ag⁺ при 100 эВ в течение 10 минут при постоянном расходе аргона 30 см³/сек.

4. Отработка режимов нанесения пассивационных слоев

Исследование режимов нанесения пассивационных слоев состояло из отработки нанесения каждого материала, входящего в состав спроектированных покрытий, в виде одиночных слоев на стекло-свидетель (КУ1) с последующим определением их оптических констант и плотностей при различных режимах нанесения. В случае нанесения слоя Si на источник ионов подавался аргон, нанесение оксидных слоев Al₂O₃ и TiO₂ осуществлялось при добавлении газа-реагента – кислорода. Изменяемыми параметрами в случае нанесения слоев оксидов выступали соотношение расходов газа-источника ионов (Ar) и газа-реагента (O₂), скорости нанесения слоев, а также температура подложки.

В процессе отработки нанесения каждого слоя оксида параметры ионного луча подбирались таким образом, чтобы получить оптимальную скорость нанесения при заданных соотношениях расходов газа-источника ионов и газа-реагента (O₂/Ar). Выбор оптимальных соотношений расходов газов осуществлялся на основании анализа отклонений экспериментальных значений плотностей для получаемых слоев от справочных значений плотностей пленок стехиометрического состава $\Delta\rho = \rho_{\text{теор.}} - \rho_{\text{эксп.}}$ [14].

Соотношения, при которых данные отклонения являлись минимальными, были выбраны для нанесения слоев. В дальнейшем при установленных скоростях и соотношениях расходов газов осуществлялся поиск оптимальных значений температур подложек для каждого слоя оксида (таблица 3). Спектры пропускания слоев, нанесенных на подложки-свидетели из стекла КУ1 были измерены на спектрофотометре с точностью не менее 1% T, где T – коэффициент пропускания. Полученные спектры пропускания были использованы для вычисления

коэффициентов преломления. В таблице 3 представлены рассчитанные коэффициенты преломления получаемых слоев при различных температурах подложки в случае подобранных режимов скорости нанесения и соотношения расходов газов.

Таблица 3. Оптимальные режимы нанесения слоев оксидов и коэффициенты преломления в зависимости от температуры подложки.

Слой	Ar/O ₂	n (915–980 нм)		
		80°C	150°C	300°C
Si	-	3,56	3,56	3,56
Al ₂ O ₃	4	1,58	1,60	1,65
TiO ₂	4	2,29	2,35	2,35

Таким образом, с учетом прочих подобранных режимов нанесения, оптимальная температура подложки, при которой достигается максимальный коэффициент преломления в случае нанесения слоя TiO₂, составила 150 °С, в случае нанесения слоя Si – 80 °С. Температура, для которой достигается максимальный коэффициент преломления в случае нанесения слоя Al₂O₃, составила 300°С.

4. Исследование спектральных характеристик зеркал инжекционных лазеров

С целью сравнения спектральных характеристик покрытий с различными схемами пассивации оптические покрытия (таблица 1) были нанесены на подложки-свидетели из стекла КУ1. Параметры ионно-лучевого нанесения слоев, включающие температуру, скорости их нанесения и соотношение расходов газа-источника ионов и газа-реагента были установлены в соответствии с коэффициентами преломления Si (n = 3,60), TiO₂ (n = 2,35), SiO₂ (n = 1,46) и Al₂O₃ (n = 1,65). Спектры пропускания полученных просветляющих (AR) и высокоотражающих (HR) покрытий эксперимента 1 и 2 представлены на рисунке 2.

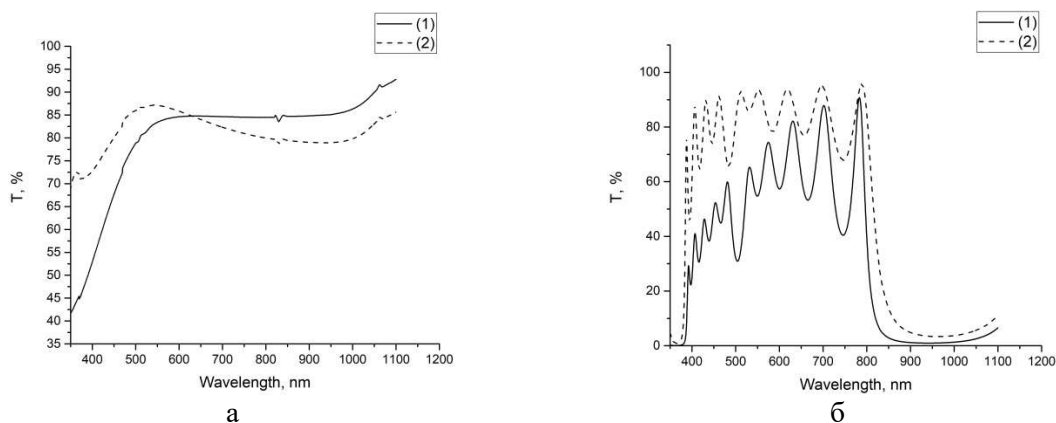


Рисунок 2. Зависимости коэффициента пропускания T от длины волны для просветляющих (а) и высокоотражающих (б) покрытий, нанесенных на КУ1 с применением различных схем пассивации (1) – Si/Al₂O₃, (2) – TiO₂.

Полученные значения коэффициентов пропускания покрытий, нанесенных на стекла-свидетели КУ1, для длины волны лазерного излучения были использованы для расчета коэффициентов отражения данных покрытий в случае материала подложки GaAs (таблица 4).

Согласно таблицам 1 и 4 рассчитанные коэффициенты отражения удовлетворяют требованиям конструкций оптических покрытий для резонаторов инжекционных лазеров.

Таблица 4. Расчет коэффициентов отражения нанесенных покрытий для материала подложки GaAs и длины волны лазерного излучения.

Эксперимент	Покрытие	T, %	R, %
1	AR	85	4
	HR	1	99
2	AR	79	6
	HR	2	98

Полученные спектры пропускания просветляющих и высокоотражающих покрытий указывают на разницу положений интерференционных максимумов и минимумов для покрытий с различными схемами пассивации. Так, кривая пропускания просветляющего покрытия, содержащего слой $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$, расположена ниже кривой пропускания покрытия, содержащего слой TiO_2 в области длин волн ниже 600 нм. Аналогичная разница характерна для высокоотражающих покрытий в диапазоне до 800 нм. Указанная особенность может быть объяснена различными коэффициентами поглощения слоев пассивации, входящих в состав оптических покрытий, в частности, большей поглощающей способностью оптических покрытий со схемой пассивации $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$. В свою очередь, поглощение в данной схеме определяется наличием кремния, являющегося оптически прозрачным для длин волн более 1,1 мкм, но характеризующимся высоким коэффициентом поглощения при меньших длинах волн [15].

5. Исследование электрооптических характеристик инжекционных лазеров

В результате двух пар процессов ионно-лучевого нанесения были получены оптические покрытия с различными схемами пассивации на выходном и заднем торцах линеек лазерных диодов.

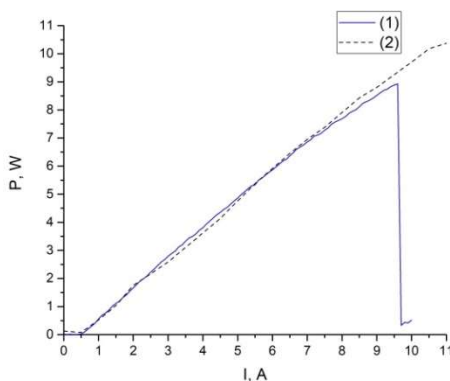


Рисунок 3. Типичные ВТАХ лазерных диодов с применением различных схем пассивации (1) – $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$, (2) – TiO_2 .

Полученные в непрерывном режиме генерации ВТАХ лазерных диодов с зеркалами представлены на рисунке 3. Максимальная мощность лазерных диодов с пассивационными слоями $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$ достигала 8,9 Вт на токе 9,6 А и ограничивалась необратимым разрушением зеркал (кривая 1). Лазерные диоды с пассивацией в виде слоя TiO_2 демонстрировали достижение значений мощности 10,1 – 10,4 Вт на токе 11 А. Для определения порога катастрофической оптической деградации зеркал лазерные диоды были исследованы также в импульсном режиме излучения. Согласно полученным ВТАХ необратимое разрушение наступает при достижении мощности 19 Вт на токе 22 А. Таким образом, зеркала с пассивационным слоем, выполненным из оксида титана, обладают большей оптической прочностью по сравнению с зеркалами со схемой пассивации $\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$. Лазерные диоды со схемой пассивации TiO_2 демонстрируют возможность работы в непрерывном режиме излучения с мощностью более 10 Вт, однако требуются дополнительные испытания для определения ресурса работы данных устройств.

6. Выводы

Задача разработки технологии пассивации для резонаторов инжекционных лазеров была успешно решена методом ионно-лучевого нанесения. Проведенные исследования особенностей ионной очистки резонаторов и режимов нанесения пассивационных слоев позволили установить оптимальные параметры источника ионной очистки, а также скорости и температуры нанесения материалов. Апробация рассчитанных схем пассивации с установленными коэффициентами преломления слоев, входящих в конструкцию покрытий, осуществлена на резонаторах инжекционных лазеров. На основании сравнения электрооптических характеристик инжекционных лазеров с нанесенными слоями пассивации Si/Al₂O₃ и TiO₂ были сделаны выводы об оптической прочности покрытий и установлена необходимость дальнейших исследований ресурса работы устройств.

Список литературы

- [1] Андреев А Ю, Лешко А Ю, Лютецкий А В, Мармалюк А А, Налет Т А, Падалица А А, Пихтин Н А, Сабитов Д Р, Симаков В А, Слипченко С О, Хомылев М А, Тарасов И С 2006 Физика и Техника Полупроводников, **40**(5), 628.
- [2] Безотосный В В, Васильева В В, Винокуров Д А, Капитонов В А, Крохин О Н, Лешко А Ю, Лютецкий А В, Мурашова А В, Налет Т А, Николаев Д Н, Пихтин Н А, Попов Ю М, Слипченко С О, Станкевич А Л, Фетисова Н В, Шамахов В В, Тарасов И С 2008 Физика и Техника Полупроводников **42**(3), 357.
- [3] Slipchenko S O, Bondarev A D, Kapitonov V A, Lyutetskiy A V, Maramlyuk A A, Nalet T A, Panin A A, Pikhitin N A, Sabitov D R, Telegin K Yu, Zorina S A, Simakov V A, Tarasov I S 2008 Tech. Digest XIII Conf. on Laser Optics Russia.
- [4] Bessolov V N, Lebedev M V, Shernyakov Y M, Tsarenkov B V 1997 Mater. Sci. Eng. B. **44** 380-382
- [5] Ressel P et al. 2005 Photon. Technol. Lett. **17**(5) 962-964.
- [6] Shu X, Xu C, Tian Z, Sheng G 2005 Solid-State Electron **49**(12) 2016-2017.
- [7] Wei C T, Shieh H-P D Jpn 2005 J. Appl. Phys. **44** 7577-7581.
- [8] Venkataraj, Drese R, Kappertz O, Jayavel R, Wutting M 2001 Phys. Status Solidi A **188** 1047-1058
- [9] Yoon S G, Kim Y T, Kim H K, Kim M J, Lee H M, Yoon D H 2005 Materials Science and Engineering B **118** 234-237.
- [10] Петрунов А Н, Подоскин А А, Шашкин И С, Слипченко С О, Пихтин Н А, Налет Т А, Фетисова Н В, Вавилова Л С, Лютецкий А В, Алексеев П А, Титков А Н, Тарасов И С 2010 Физика и Техника Полупроводников **44**(6) 817.
- [11] Hu et al. 2003 Corning Inc. Pat. 6618409 US.
- [12] Шишкин В А и др. 2007 ФГУП «НИИ «Полус» им. М.Ф. Стельмаха Пат. 2308795 RU.
- [13] Фомин Е В, Бондарев А Д, Сошников И П, Vergu N B, Giraudet L, Molinari M, Maurer T, Пихтин Н А 2020 Письма в ЖТФ **46**(6) 16-19.
- [14] Равдель А А, Пономарева З Н 2003 Краткий справочник физико-химических величин: учебное пособие 204.
- [15] Ершов А В, Машин А И 2006 Учебно-методический материал по программе повышения квалификации «Новые материалы электроники и оптоэлектроники для информационно-телекоммуникационных систем» 99.

Разработка режимов высокоэнергетической обработки в вакууме тонкопленочных резистивных слоев на основе сплава П65ХС

В Д Зуев¹, А А Рыжов¹, Д В Дерябин¹, С А Гурин¹ и М Д Новичков¹

¹АО «Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов», г. Пенза

E-mail: teslananoel@rambler.ru

Аннотация: Рассмотрены основные причины нестабильности тонкопленочных низкоразмерных резистивных структур на основе керметных пленок П65ХС. Представлены основные режимы термостабилизации в вакууме и на воздухе резистивных пленок из сплава П65ХС, а также отработанные режимы их получения. Предложены режимы высокоэнергетической обработки в вакууме резистивных слоев на основе П65ХС.

1. Введение

Временная стабильность и надежность работы информационно-измерительных и управляющих систем (ИИУС) для жестких условий эксплуатации определяется в первую очередь качеством применяемой ЭКБ [1]. В условиях увеличения потребительских требований к ИИУС, прежде всего таких, как снижение массогабаритных размеров, потребляемой мощности, повышение точности, распространение получили резистивные структуры, построенные по технологиям тонкопленочной микроэлектроники [2]. Разрабатываемые тонкопленочные резисторы предназначены для задания режимов и обеспечения точности высокостабильных операционных усилителей, для преобразования сигналов в устройствах аналогово-цифровой информации, для использования в качестве образцовых мер в контрольно-измерительной и другой аппаратуре, а также формирования тензорезисторов чувствительных элементов высокотемпературных датчиков давления [3].

Анализ тенденции развития тонкопленочных резисторов и тонкопленочных тензорезистивных чувствительных элементов (ЧЭ) показал их неуклонное совершенствование, обновление, появление новых фирм изготовителей [3]. На рынок выходят новые перспективные изделия с улучшенными параметрами и конструкциями. Одновременно ведутся работы по совершенствованию технологий синтеза и стабилизации резистивных структур, направленных на уменьшение допусков и ТКС, улучшение долговременной стабильности, расширение диапазона сопротивлений и т.д. [4, 5, 6].

Целью статьи является разработка режимов термоциклической обработки сформированной схемы и процесса кратковременной высокоэнергетической обработки тонкопленочных резистивных слоев на основе керметных пленок П65ХС излучением в высоком вакууме для управления значением ТКС, обеспечения низкого уровня шумов, термодинамического равновесия и устойчивых соединений.

2. Теоретическая часть и технология получения

В настоящее время для создания сверхпрецизионных резисторов наиболее перспективным признано применение керметов К-20С и К-30С, а также сплава П65ХС, специально разработанного для формирования тензорезистивных слоев. Сплав содержит присадки редкоземельных элементов (иттрий, лантан), обеспечивающих измельчение структуры конденсата и связывание вредных примесей. Термическая и временная стабильность сплава

П65ХС вызваны тем, что зерна металла в таких пленках надежно защищены окисной матрицей. Тонкие пленки, полученные из П65ХС отличаются высоким удельным сопротивлением ($\rho=10^{-3}$ Ом·см и выше), что позволяет создавать тензорезисторы с $\rho_s=1000$ Ом/□, сопротивлениями от 3,0 до 10,0 кОм с током потребления до 2 мА при постоянном напряжении 6 В [1].

Технология получения резисторов из П65ХС производится методом взрывного испарения с ленточного вольфрамового испарителя при подаче на него из «вибробункера» гранул порошка резистивного материала. Напыление производится при различных температурах, имеющих для различных целей довольно широкий диапазон температур порядка (230–400) °С.

Для получения заданных параметров весь процесс напыления керметных пленок не должен превышать 5 минут. При этом вакуум не должен опускаться ниже $4 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. В таблице 1 отражены основные подобранные параметры напыления, контролируемые в процессе осаждения.

Таблица 1. Оработанные режимы и контролируемые параметры напыления резистивных металлосилицидных пленок.

Ток испарителя $I_{\text{испар}}$, А	Начальное остаточное давление в камере $P_{\text{ост нач}}$, мм рт.ст.	Конечное остаточное давление в камере $P_{\text{ост кон}}$, мм рт.ст.	Температура подложки, $T_{\text{подл}}$, °С	Удельное поверхностное сопротивление $\rho_{\text{нап}}$, Ом/ч	ТКС, $1 \cdot 10^{-6}$, 1/°С
480-500	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	230-3600	300..1000	-(44...97)

Для «свежеосажденных» резистивных пленок характерны гетерогенная неустойчивая структура, неравновесная концентрация дефектов и другие несовершенства, что приводит к изменению сопротивления, как с течением времени, так и под действием высокой температуры вследствие роста структурной гомогенности, снятия остаточных напряжений и т.д. [2, 7]. Поэтому после напыления проводится термостабилизация резистивного слоя в вакууме при температурах подложкодержателя ~ 320-400 °С в течение 2-8 ч для резисторов на основе керметов, после чего при температурах 150-180 °С производится напуск воздуха с целью образования защитной поверхностной окисной пленки.

Застабилизировать на определенном уровне уже сформированные схемы с контактными площадками возможно за счет проведения технологической тренировки всей тонкопленочной структуры комплексным воздействием высокоэнергетических термоциклических нагрузок. Механизмы термической стабилизации параметров сформированной тонкопленочной структуры определяются как минимум двумя основными процессами, протекающими внутри и на поверхности структуры [8]:

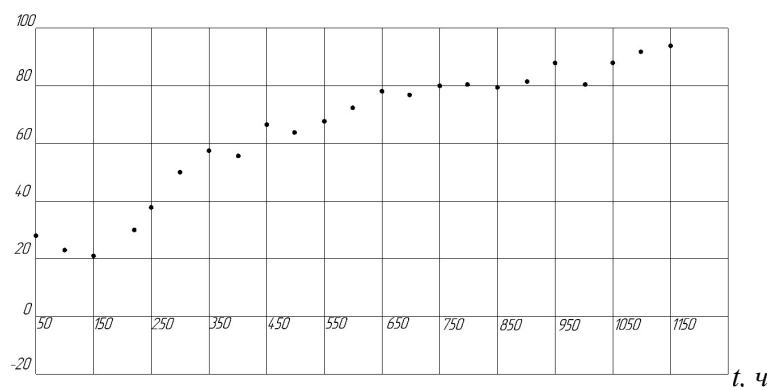
- рекристаллизация микроструктуры тонкой пленки (рост зерен за счет их слияния в более крупные группы);
- окисление поверхности тонкой пленки (образование защитной окисной пленки, не позволяющей проникать атомам кислорода внутрь пленки).

Процесс рекристаллизации характерен для термической обработки резистивной структуры в вакууме, а окисления для термической обработки тонкопленочной структуры на воздухе.

Термоциклическая обработка сформированной схемы в вакууме $\sim 5,0 \times 10^{-6}$ мм рт.ст. проводится следующим образом: нагрев до 100 °С, затем в течение 1,5...3,0 ч рост температуры до 320...400 °С в зависимости от технологических решений, и в течение $\sim 2,0$ -3,0 часов остывание до 100 °С. Количество таких циклов предусматривается конкретными технологиями на предприятиях производителя. Далее изделия извлекаются из вакуумной камеры, и помещаются в термощкаф, где проводится длительный отжиг в воздухе доходящий до 24 ч при температурах от 250 до 380 °С.

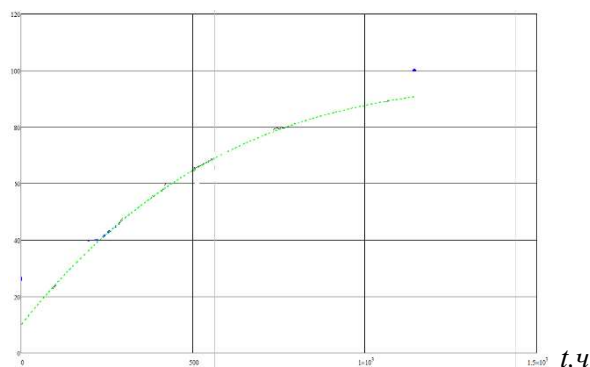
Правильно выбранные режимы отжига обеспечивают такое состояние пленки, когда формирование равновесных фаз может считаться законченным и, следовательно, не будет оказываться существенного влияния на дрейф сопротивлений тонкопленочных резисторов (ТР). Из [1] для П65ХС среднестатистическое значение изменения сопротивлений ТР при температуре 177 °С 30-ти одиночных резисторов при испытаниях приведено на рисунке 1.

$\Delta R/R, 10^{-2}$



а

$\Delta R/R, 10^{-2}$



б

Рисунок 1. Дegrадация сопротивлений ТР из сплава П65ХС: изменение среднего значения сопротивлений ТР в процессе испытаний при температуре 177 °С (а); аппроксимация полиномом 2-го порядка (б).

Результаты испытаний свидетельствуют о том, что для ТР из сплава П65ХС характерна параболическая зависимость прироста сопротивления от времени (рисунок 1, б). Аппроксимация экспериментальных кривых степенными функциями приводит к уравнению [2]:

$$\frac{\Delta R(t)}{R(0)} = At^n, \quad (1)$$

где A, n – технологические постоянные, зависящие от структурных особенностей пленок и при $T=177$ °С в среднем близки к величинам $A=0,01-0,02\%$, $n=0,55$.

Механизм старения ТР определяется на всех временных интервалах окислением пленки: ($\gamma=0,5$). Энергия активации этого процесса $E_A \approx 0,25$ эВ. Полученная зависимость характерна для

диффузионного механизма увеличения сопротивления резистивного слоя, причем ведущая роль, вероятно, принадлежит объемной диффузии кислорода.

Однако данные, полученные в ходе испытаний характерны для эксплуатационного температурного режима, ограниченного для ТР диапазоном (-60..150) °С. Перспективные конструктивно-технологические решения тонкопленочных резисторов и тензорезисторов должны обеспечивать достижение ТКС величины не более $\pm 2 \times 10^{-6}$ и допускаемого отклонения и нестабильности сопротивления не более $\pm (0,01 \dots 0,02)\%$, а касаясь чувствительных элементов высокотемпературных датчиков давления резистивные слои должны быть работоспособны при воздействия нестационарных тепловых потоков (термоудар), где температуры доходят до 300 °С и выше.

Достижение заданного ТКС и стабильности ТР невозможно без технологических операций по предварительной «подгонке» ТКС ТР, заключающихся в последовательной термической обработке в воздухе с промежуточным контролем сопротивления и ТКС, где температуры могут достигать 500 °С и выше. При таких воздействиях процессы структурного отжига идут более активно и изменение сопротивления носит обратный характер. Керметные пленки имеют свойство «спекаться» при воздействии повышенных температур, что вызвано способностью силицида к образованию проводящих мостиков в SiO-матрице. Рост концентрации фазы Cr₃Si ведет к увеличению металлической проводимости тонкой пленки П65ХС, уменьшению сопротивления ТР, увеличению их ТКС. Особенно критичны будут необратимые изменения ТКС для тензорезисторов датчиков давления из области отрицательных значений в положительную при эксплуатации на объектах.

Исследования кинетики деградационных процессов в данных условиях проведены воздействием испытаний при воздействии температуры 340 °С на тензорезисторах 10 датчиков давления (рисунок 2).

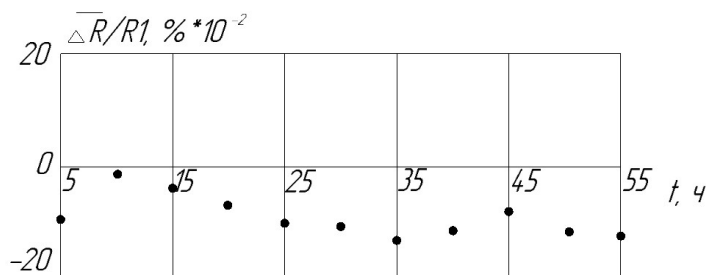


Рисунок 2. Изменение среднего значения сопротивления ТР из П65ХС в процессе испытаний при температуре 340 °С. Данные усреднены по 10 образцам.

Как видно (рисунок 2) сопротивление постоянно уменьшается.

Представленные режимы термостабилизации, обработки и отжига тонкопленочной гетерогенной структуры не позволяют выполнить поставленные требования. Необходимы исследования и разработка технологий с оптимальными режимами высокоэнергетических и термоциклических нагрузок, направленных на стабилизацию сопротивлений ТР например сплава П65ХС.

3. Методика эксперимента

Получение экспериментальных образцов и определение необходимых режимов термостабилизации для заданных параметров проводили на ТР из сплава П65ХС полученном на кремнии с изоляцией SiO₂. ТР изготовили «взрывным» испарением резистивного сплава П65ХС с удельным поверхностным сопротивлением ~300 Ом/ч, на установке УВН 71ПЗ в едином технологическом цикле с последующим получением рисунка ТР методом фотолитографии. Режимы и результаты напыления приведены в таблице 2.

Таблица 2. Режимы напыления по результатам изготовления партий на кремниевых подложках с изоляцией SiO₂.

Слой	Ток испарителя $I_{\text{испар}}$, А	Начальное остаточное давление в камере $P_{\text{ост нач}}$, мм рт.ст.	Конечное остаточное давление в камере $P_{\text{ост кон}}$, мм рт.ст.	Температура подложки, $T_{\text{подл}}$, °С	Удельное поверхностное сопротивление $\rho_{\text{нап}}$, Ом/ч	ТКС, $1 \cdot 10^{-6}$, 1/°С
П65ХС	480-500	$2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	380-400	300	-(42...77)

Термообработку в вакууме после напыления резистивного и контактного слоя не проводили, т.к. в этом случае, по результатам предварительных исследований, ухудшается адгезия контактного слоя, а в случае термообработки сразу после осаждения алюминия значительно ухудшается стабильность ТР. Объясняется это тем, что при термообработке двухслойной пленки происходит диффузия алюминия в П65ХС и при последующем формировании контактов методом жидкостного химического травления образуется рыхлая поверхность резистивного слоя, происходящее из-за вытравливания продифундированного алюминия.

Для получения высокостабильных ТР из сплава П65ХС с положительным значением ТКС, равным не более $2 \cdot 10^{-6}$ 1/°С была разработана следующая технология [9]. После формирования топологии, схема подвергается прямому излучению в вакуумной камере при давлении ($1 \cdot 10^{-5}$ – $5 \cdot 10^{-6}$) мм рт.ст. в течение (0,5–3) мин, с разогревом верхних слоев $\sim (500\text{--}550)$ °С. После чего проводится термообработка ЧЭ на воздухе при (350 ± 10) °С в течение 8–10 часов [9].

Ограничение по давлению остаточных газов в вакуумной камере, равное ($1 \cdot 10^{-5}$ – $5 \cdot 10^{-6}$) мм рт.ст, обусловлено исключением загрязнения пленок атмосферными загрязнителями в процессе обработки и достаточностью количества молекул остаточного газа для поверхностной пассивации (окисления) резистивных пленок [9].

Термообработка на воздухе при температуре (350 ± 10) °С в течение 8-10 ч способствует снятию напряжений от локальных микропластических деформаций в тонкопленочных структурах, вызванных образованием внутрипленочных окислов, силицидов и других соединений после излучения и является достаточной для ТР [9].

Температурный диапазон обработки 500...550 °С и время (0,5–3) мин выбраны из условия достаточности энергетического воздействия для завершения процессов окислообразования, образования силицидов металлов и других соединений. Указанные режимы позволяют достичь заданных температурно-временных характеристик, а корреляцией времени достигается управление изменением значения ТКС до нужного значения.

После обработки ТР подвергали испытаниям на термоустойчивость при температуре 180 ± 10 °С в течение 500 часов. При этом изменения сопротивлений не превысили 0,01 %, а изменения ТКС даже после 100 часов отжига не вышли за пределы $2 \cdot 10^{-6}$ 1/°С в сторону уменьшения, что является необходимым фактором для работы в условиях высоких температур.

4. Заключение

Для ТР из сплава П65ХС разработаны режимы кратковременной высокоэнергетической обработки прямым излучением в высоком вакууме (при давлении $1 \cdot 10^{-5}$ – $5 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст.), с разогревом $\sim (500\text{--}550)$ °С. Установлено, что при кратковременной высокоэнергетической обработке в вакууме уменьшается барьерная проводимость за счет получения термодинамического равновесия и «монокристаллических» соединений в структуре, сужаются зоны непроводящих (малопроводящих) участков по причине наличия окислов, что в то же время приводит к уменьшению разброса между ТР по подложке и шумов, обеспечивается управление значением ТКС и устойчивость электрического сопротивления во времени;

Продемонстрированы физические закономерности между режимами предложенных технологий стабилизации (степень вакуума, температура, время воздействия и т.д.) и параметрами ТР.

Список литературы

- [1] Гурин С.А. Исследование и разработка тонкопленочных гетерогенных структур чувствительных элементов датчиков давлений с экстремальными условиями эксплуатации: дисс. на соиск. уч. степ. канд. техн. наук: 05.27.01 / Гурин Сергей Александрович. – П., 2016. С. 156.
- [2] Миллер Ю.Г. Физические основы надежности интегральных схем. – М., Сов. радио, 1976. – 318 с.
- [3] Лугин А.Н. Конструкторско-технологические основы проектирования тонкопленочных прецизионных резисторов // Монография. – 2009. – 287 С.
- [4] Крюков М. Высокостабильные тонкопленочные чип-резисторы фирмы Phycorp // Компоненты и технологии. – 2003. – № 4. – С. 16–18.
- [5] Jan G. Korvink, Oliver Paul. MEMS: a practical guide to design, analysis, and application. – William Andrew, Inc. – 2006. – ISBN 0-8155-1497-2.
- [6] The MEMS handbook / edited by Mohamed Gad-el-Hak. P.cm. – 2002 (Mechanical engineering handbook series).
- [7] Аверин И. А. Управляемый синтез гетерогенных систем: получение и свойства: монография. – Пенза: Изд-во ПГУ, 2006. – 316 с.
- [8] Аверин И. А., Волохов И. В., Мокров Е.А., Печерская Р.М. Влияние переходных процессов в тонкопленочной гетерогенной структуре на надежность чувствительных элементов тензорезисторных датчиков давления // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. – №2. – 2008 г. – С. 123-127.
- [9] Патент № 2566538 РФ. Способ стабилизации упругого элемента датчика давления с тензорезисторами / С.А. Гурин, И.Н. Чебурахин, А.И. Ворожбитов, И.Н. Чебурахин // Изобретения. – 2015.

Применение магнетронного распыления для формирования многослойных структур AlNi

Д Е Шашин¹, Н И Сушенцов¹, А Д Дьячков¹, П Г Габдуллин²,
О Е Квашенкина² и В Е Бабюк²

¹Поволжский Государственный Технологический Университет, 424000, Йошкар-Ола, Россия

²Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: ShashinDE@volgatech.net

Аннотация. Данная работа посвящена получению тонких пленок AlNi методом магнетронного распыления и особенностям, возникающим в ходе этого процесса. В тексте описано оборудование, в том числе программное обеспечение для получения многослойных структур. Рассмотрены результаты проведенных экспериментов и разработанный технологический процесс.

Многослойные структуры AlNi обладают способностью к самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу (СВС). СВС – это процесс протекания сильной экзотермической реакции (реакции горения), в котором тепловыделение локализовано в слое и передается от слоя к слою путем теплопередачи. С помощью СВС получают преимущественно неорганические вещества, материалы и изделия разного назначения: (порошки тугоплавких соединений, абразивные пасты, азотированные ферросплавы, керметы, керамику), детали и изделия заданных размеров и форм, огнеупорные изделия и покрытия [1; 2]. СВС процессы используют при прямом синтезе монокристаллов, получению керамических и металлокерамических пеноматериалов, в создании композиционных материалов типа полимер-керамика, при синтезе сверхтвердых материалов. [3].

Структура AlNi обладает достаточно высокой температурой горения и привлекательным для практического применения объемом теплоты, выделяемой при синтезе. Эти параметры позволяют использовать данную структуру в качестве припойной реакционной фольги. Данное применение заключается в следующем. Сначала фольга укладывается вручную или автоматизированным способом между спаиваемыми поверхностями. Затем она подвергается воздействию кратковременного энергетического импульса, запускающего цепную реакцию внутри материала. При протекании экзотермической реакции в припойной фольге происходит кратковременный волнообразный нагрев [4]. Данный метод обладает целым рядом достоинств по сравнению с традиционным методом пайки.

В данной работе представлены особенности получения многослойных структур AlNi со способностью к СВС.

Вакуумная камера установки магнетронного распыления, представленная на рисунке 1, предназначена для размещения в ней распылительной системы из шести магнетронов и держателя подложек, приводимых в движение карусельным механизмом.

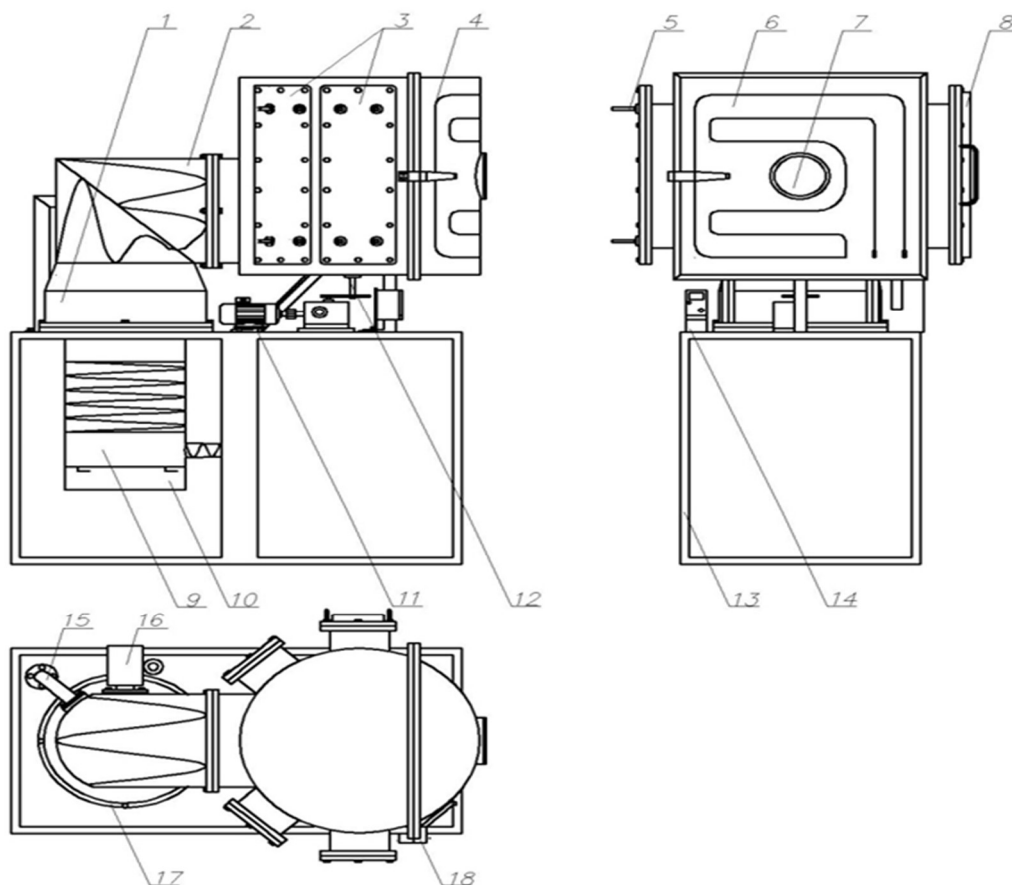


Рисунок 1. Общий вид установки магнетронного распыления: 1 – азотная ловушка; 2, 15 – вакуумный трубопровод; 3 – соединительные фланцы; 4 – трубки охлаждения; 5 – штуцер охлаждения магнетрона; 6 – дверца загрузки; 7 – смотровое окно; 8 – ионный источник; 9 – паромасляный насос; 10 – плита нагрева паромасляного насоса; 11 – мотор-редуктор карусельного механизма; 12 – ввод вращения; 13 – станина; 14 – частотный преобразователь; 16 – пневматический клапан вакуумного затвора; 17 – соединительный фланец; 18 – замок дверцы загрузки.

Разработанная конструкция вакуумной установки позволяет устанавливать шесть магнетронных распылителей и ионный источник. Магнетронная распылительная система (МРС) в составе шести магнетронов позволяет с одной стороны увеличить спектр получаемых покрытий (в том числе составных материалов), а с другой стороны, повысить скорость распыления, увеличить толщину и равномерность получаемого покрытия.

Для нагрева напыляемых подложек используются два электрических резистивных нагревателя диаметром 8,5 мм, смонтированных на дверце вакуумной камеры, позволяющих получить нужную температуру нагрева во время технологического процесса. Температура измеряется с помощью термопарного датчика. Показания от датчика выведены на панель оператора.

Технические характеристики магнетронной распылительной системы следующие:

- 1) материал катода магнетрона – Al, Ni;
- 2) размер мишени – 596x65x10 мм;
- 3) величина магнитной индукции на поверхности мишени – 0,35 Тл;
- 4) расположение мишени – вертикальное;
- 5) рабочий ток магнетрона 5-12 А;

б) рабочее напряжение на магнетроне 300-700 В.

Система управления установкой магнетронного распыления основана на программном обеспечении, имеющем 2-х уровневую архитектуру:

- нижний уровень – контроллер управления вакуумным технологическим оборудованием;
- верхний уровень – рабочая станция оператора, функционирующая под управлением программы написанной в среде «MasterSCADA» на ОС MS Windows 7.

Программа предназначена для обеспечения взаимодействия оператора и оборудования вакуумной установки. Программа позволяет применять как обычные средства ввода (клавиатура, мышь), так и устройства сенсорного ввода. Данная программа отображает все сведения о работе вакуумного оборудования и предоставляет возможность им управлять.

По результатам исследований был разработан общий типовой технологический процесс получения многослойных структур, в том числе и AlNi для описанной выше вакуумной установки, который должен осуществляться по представленной на рисунке 2 блок-схеме.

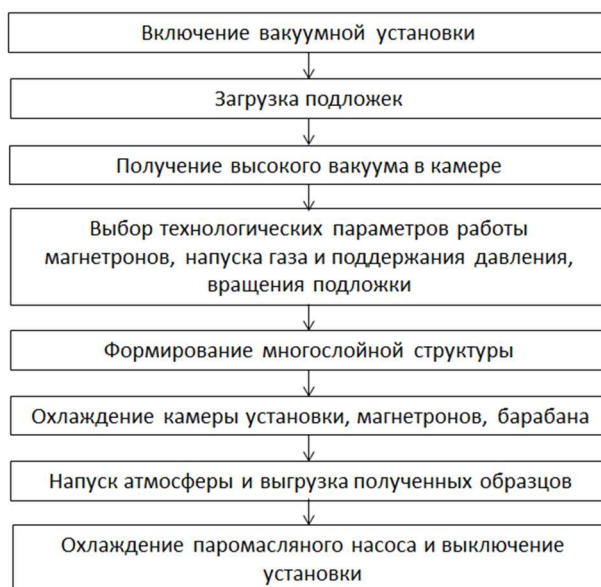


Рисунок 2. Типовая технология получения многослойных структур.

Разработанный типовой технологический процесс нанесения многослойных структур для вакуумной установки магнетронного распыления является общим для всех видов пленок, которые можно формировать данным методом, а его конкретные технологические параметры зависят только от конкретных требуемых результатов, и могут быть установлены в результате экспериментальных исследований и занесены в электронную базу данных вакуумной установки для дальнейшего автоматизированного использования.

На основе представленного технологического процесса были получены образцы многослойной пленки AlNi. В качестве подложки использовалось стекло, которое крепилось на оснастку. Снятый с подложки из стекла образец полученной реакционной фольги имел толщину равную 42 мкм. Образец был исследован на электронном микроскопе. На рисунке 3 представлен результат данного исследования.

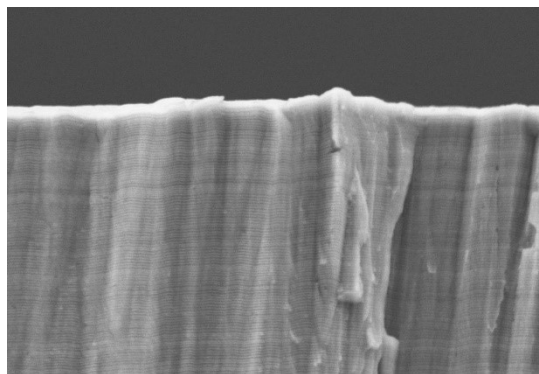


Рисунок 3. Скол образца многослойной структуры AlNi, снятого со стеклянной подложки.

На данном изображении виден скол реакционной фольги AlNi, где можно рассмотреть поочередно полуслои Al и Ni. В сумме их – около 1000, а слоев – около 500.

Так же на рисунке 4, на увеличенной части предыдущего изображения, показано измерение одной такой пары полуслоев. Толщина составила 51,78 нм. В целом видно, что напыление пленки прошло удачно. Она получилась достаточно эластичной, и обладающей способностью к протеканию в ней СВС-реакции.

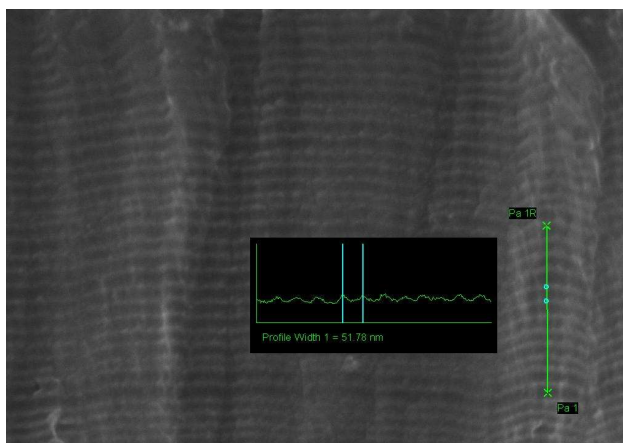


Рисунок 4. Изображения процесса измерения слоя AlNi на электронном микроскопе.

В ходе работы над реакционной фольгой возникли проблемы, решить которые требовалось для достижения оптимального результата. Одной из важнейших проблем является, в первую очередь, перегрев пленок. Преодоление данного препятствия является критическим, ввиду того, что оно в большой степени влияет на работоспособность образцов фольги. Если температура подложки превысит границу в 120-140 °С, то произойдет перемешивание полуслоев, и на выходе вместо многослойной структуры металлов Al и Ni, получится их сплав. Полученная таким образом многослойная структура окажется неспособной к протеканию в ней СВС-реакции.

Другим препятствием является отслоение пленки. Из-за отсутствия адгезии фольги к подложке происходит отслоение структуры от материала, и последующее ее налипание на мишени, установленные на магнетронах. Это приводит к замыканию магнетронной системы и, как следствие, прекращению напыления. Данная проблема не позволяет получить цельную пленку и фольгу требуемой толщины.

Обратная этой проблема – это излишняя адгезия. Если при нагреве подложки поставить температуру слишком высокой, то кроме риска получить сплав из Al и Ni, можно добиться отрывания верхних слоев подложки пленкой. Это не влияет на работоспособность пленки, но вполне может повлиять на целостность фольги, что приведет к ее крошению.

Две данные проблемы являются частью противоречия. Противоречие состоит в том, что для снятия фольги с подложки нужна низкая адгезия, а для того, чтобы фольга не отлетела с подложки во время технологического процесса, нужна адгезия достаточно высокая. Кроме того, основным способом повышения адгезии является повышение температуры подложки, что недопустимо при формировании фольги, которую можно нагревать, примерно, до 100°C. Данное противоречие решается несколькими путями: 1. нахождение оптимальной температуры нагрева подложки; 2. выбор другого материала подложки, адгезия которой будет выше.

Так же есть проблема, что при достигнутых максимальных скоростях роста в 20 нм/мин, создание фольги толщиной 50 мкм, необходимой для ее использования в целях пайки, занимает 46 часов непрерывного технологического процесса, что приводит к большим затратам по водоснабжению, электроэнергии, временным затратам на работу персонала, а также увеличивает частоту отказов при реализации технологического процесса формирования фольги за счет других проблем, в том числе замыкания МРС.

Возникает и другое препятствие. При реализации процесса на подложкодержателе возникает электрическое напряжение порядка 27 В, что при достижении толщины фольги в 12-15 мкм приводит к реакции СВС на подложке во время технологического процесса. Это в свою очередь ведет не только к порче фольги, но и к замыканию МРС.

В ходе проведения исследований были получены следующие результаты:

– рассмотрено оборудование, которое было использовано в ходе исследования многослойных структур AlNi, за счет большого числа проведенных экспериментов удалось выявить технологические параметры и конфигурацию оборудования, позволяющие получать за один технологический цикл структуры, в которых возможна реакция СВС;

– разработана программа, объединяющая управление электрическими, электронными, вакуумными, измерительными компонентами, позволяющая автоматизировать нелинейные длительные технологические процессы, что положительно сказывается на качестве выходного продукта;

– были рассмотрены результаты исследования образцов многослойной фольги;

– были рассмотрены основные проблемы, препятствующие получению хорошей реакционной фольги, ими являются перегрев, адгезия, энерго- и ресурсоемкость процесса, а также реакция СВС из-за электрического напряжения подложкодержателя.

Список литературы

- [1] Mukasyan S Shuck C 2018 *Adv. Eng. Mater.* **77(1)** 21-37.
- [2] Weihs T P 2013 *Optical and Magnetic Applications* **20** 160-243.
- [3] Adams D 2015 *Thin Solid Films* **12** 98-128.
- [4] Rogachev S Vadchenko S 2016 *Thin Solid Films* **15** 158-169.

Использование имитационных моделей Монте-Карло для подбора траектории перемещения модельного блиска при нанесении покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда

А В Олейник¹ и К Н Рамазанов¹

Уфимский университет науки и технологий, Уфа, 450000, Россия

E-mail: Liptosomov@yandex.ru

Abstract. В работе рассмотрено применение имитационных моделей Монте-Карло для оптимизации скорости вращения блиска в вакуумной камере при нанесении покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда. Установлено, что подобранная скорость вращения позволяет снизить неравномерность толщины покрытия с 0,5-9 мкм до 2-8,5 мкм. Измерения на плоских образцах продемонстрировали увеличение микротвердости в среднем на 30%. Заметного изменения шероховатости, микротвердости и адгезии покрытия с подложкой не обнаружено.

1. Введение

Лопатки компрессора газотурбинного двигателя (ГТД) являются одними из самых ответственных и массовых деталей и испытывают широкий спектр воздействий. При этом одной из главных причин их досрочного съема является эрозионный износ [1]. Наиболее перспективный вариант повышения эрозионной стойкости – это нанесение защитного покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда [2, 3]. Установлено, что покрытие системы TiN, (Ti-V)N, (Ti-Cr)N и другие снижают скорость эрозионного износа лопаток компрессора в 3-5 раз [4]. При этом толщина покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда и допуск на нее является контролируемым параметром, указываемым в конструкторской документации на изделие наряду с шероховатостью, адгезией и микротвердостью. Таким образом, для обеспечения качества наносимого покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда необходимо обеспечить установленный допуск на толщину.

Установлено, что для деталей типа блиск обеспечение допуска на толщину покрытия затруднено наличием теневых зон- поверхностей, создающих препятствия на пути движения потока плазмы. В случае немассового производства блисков единственным вариантом обеспечения допуска на толщину покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда остается оптимизация технологического процесса нанесения, т.е. подбор технологических режимов и оптимизация траектории перемещения в вакуумной камере. Данный подход успешно был использован на практике для магнетронных покрытий на сдвоенных лопатках [5], а вариант реализации для блисков запатентован фирмой Дженерал Электрик, в котором установлен допуск на отклонение толщины в 50%. При этом подбор скорости вращения детали в работе [5] осуществлен при помощи имитационной модели Монте-Карло. В данной работе схожий подход использован для оптимизации вращения имитатора моноколеса из трех лопаток.

Таким образом, цель данной работы- проверка работоспособности имитационных моделей Монте-Карло для подбора траектории перемещения сложнопрофильных деталей с наличием теневых зон, а также исследование свойств покрытия в затененных областях.

2. Материалы и методы исследования

В качестве образцов для эксперимента использованы модельные лопатки из титанового сплава. Толщина покрытия контролировалась на поверхности средней лопатки. На поверхности боковых лопаток размещены образцы для измерения микротвердости, адгезии и шероховатости поверхности. Внешний вид конструкции продемонстрирован на рисунке 1а. Расчетная геометрия модели представлена на рисунке 1б.

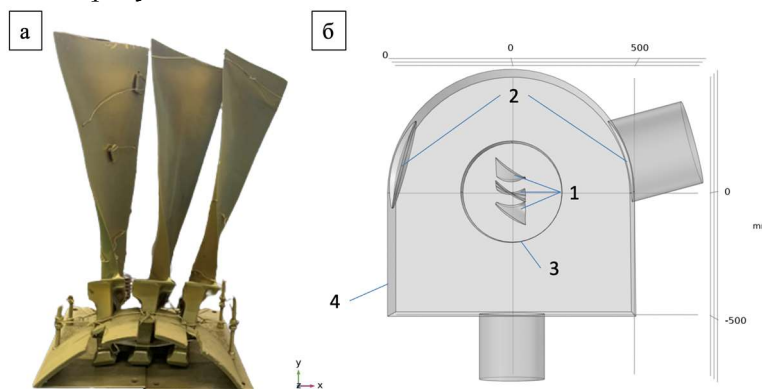


Рисунок 1. Внешний вид имитатора блиска из трех лопаток с нанесенным покрытием TiN (а). Расчетная геометрия и граничные условия имитационной модели ((1- Подложка (ГУ Wall с условием “stick” и ”accumulator”), 2-источник плазмы (ГУ Inlet), 3- Граница между вращающимся и неподвижным интерфейсами (ГУ Particle continuity) 4- Остальные границы (ГУ Wall “disappear”)) (б).

Чтобы получить профиль лопатки использована оптическая координатно-измерительная система ATOS II 400. Покрытие наносилось на вакуумно-плазменной установке ННВ-6,6-И1. Режимы нанесения- сила тока 80А, напряжение- 180В. На первом этапе покрытие наносилось при равномерной скорости вращения стола, на втором- при подобранной. Толщина покрытия на лопатках контролировалась при помощи микроскопа Nikon MA-100 Eclipse. Толщина покрытия на образцах, закрепленных на боковых лопатках, контролировалась при помощи сферических микрошлифов, подготовленных на CSM CALOTEST. Измерение шероховатости поверхности производилось при помощи прибора MarSurf PS1. Измерение микротвердости покрытия производилось при помощи EMCO–Test DuraScan 50. Исследования адгезии покрытия с подложкой проводили при помощи прибора CSM Scratch Tester.

Для расчета толщины покрытия и оптимизации скорости вращения использован ПК COMSOL Multiphysics. На первом этапе производится расчет распределения толщин покрытия при выбранных угловых положениях детали. На основе полученных данных формируется система уравнений, при помощи которой подбирается зависимость угловой скорости Расчетная геометрия и граничные условия модели показаны на рисунке 1б.

Оптимизация скорости вращения осуществлялась при помощи модуля Optimization ПК COMSOL Multiphysics. Целевой функцией принято среднеквадратическое отклонение S значения толщины покрытия в выбранных точках. В качестве ограничения добавляется условие постоянства общего времени обработки. Для расчета выбран метод COBYLA. Выходными данными расчета являются подбираемые коэффициенты t_i - время нанесения покрытия при каждом выбранном угловом положении детали.

3. Результаты

3.1. Толщина покрытия

На первом этапе исследования произведено нанесения покрытия при равномерной скорости вращения стола. После нанесения покрытия при равномерной скорости вращения средняя лопатка была разрезана и измерена толщина покрытия по поверхности спинки и корыта.

Измеренные значения толщины покрытия совместно с результатами расчета представлены на рисунке 2.

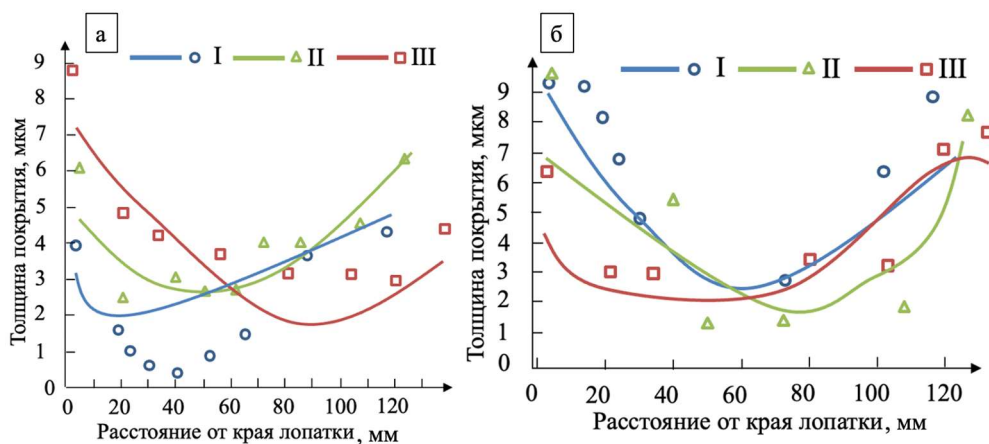


Рисунок 2. Распределение толщины покрытия по поверхности спинки (а) и корыта (б) лопатки до оптимизации.

Из рисунка 2 установлено, что экспериментальный диапазон толщины покрытия составляет 0,5-9 мкм, то есть неравномерность 95 процентов в нижней зоне лопатки по сравнению с зоной кромок. Данные результаты планируется улучшить при помощи оптимизации перемещения детали в вакуумной камере.

С целью повышения равномерности толщины покрытия произведена оптимизация скорости вращения детали. Зависимость времени нанесения покрытия от угла поворота стола представлена на рисунке 3.

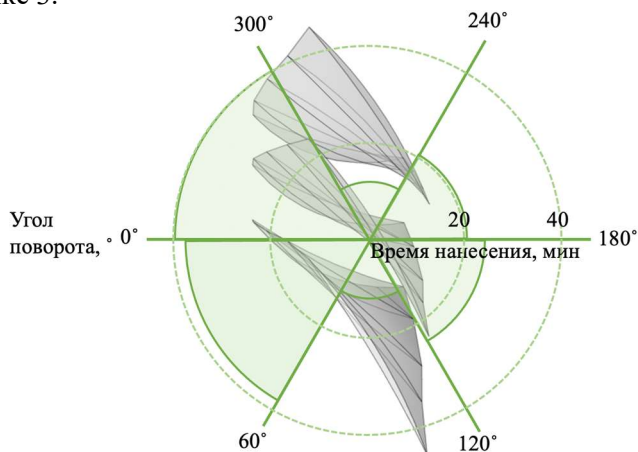


Рисунок 3. Время нанесения покрытия в зависимости от угла поворота относительно начального положения.

Расчетные и экспериментальные распределения толщины покрытия представлены на рисунке 4.

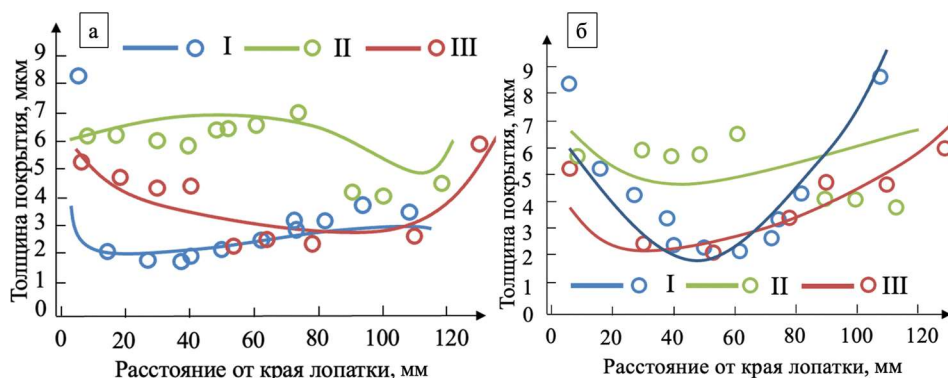


Рисунок 4. Распределение толщины покрытия по поверхности корыта (а) и спинке (б) лопатки после оптимизации.

Из рисунка 4 установлено, что оптимизация скорости вращения позволила сократить неравномерность толщины до 2-8,5 мкм, то есть с 95 до 75 процентов.

3.2. Механические характеристики покрытия

В качестве следующего этапа исследования проведены измерения толщины, шероховатости, микротвердости, а также адгезии при помощи скратч-тестов. Результаты представлены на рисунке 5.

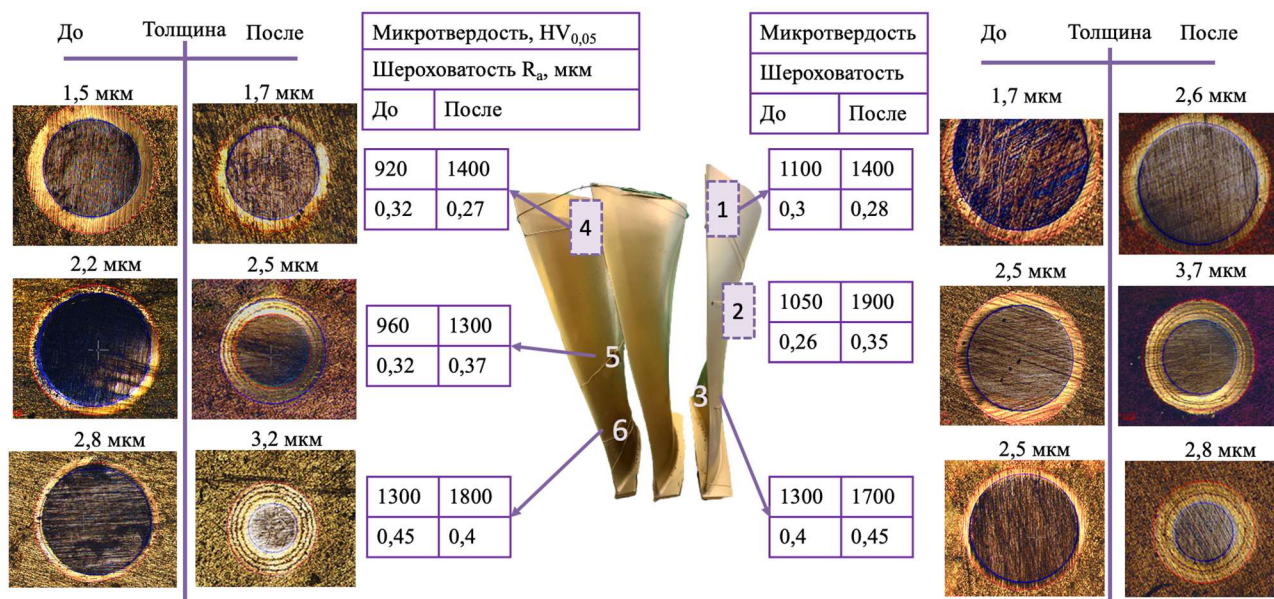


Рисунок 5. Результаты измерения толщины покрытия, микротвердости и шероховатости на плоских образцах.

Из результатов измерений толщины установлено, что толщина покрытия соответствует ранее представленным результатам, а ее значения в затененных областях выросли. Микротвердость выросла после оптимизации в среднем на 30%. Можно ожидать, что это позволит повысить сопротивление поверхности эрозии, так как последний параметр прямо пропорционален микротвердости [45]. Шероховатость существенно не изменилась после оптимизации скорости вращения. До нанесения покрытия шероховатость составляла 0,2-0,3 мкм. По стандартной технологии шероховатость R_a составляла 0,26-0,45 мкм, после оптимизации 0,27-0,45 мкм. В целом же нанесение покрытия ухудшила шероховатость примерно на 50%.

По результатам измерения адгезии покрытия с подложкой посредством скратч-тестов заметного изменения параметра L_{c1} не произошло. Он остался в диапазоне 12-15 Н.

4. Выводы

В результате анализа измерений на образцах можно сделать следующие выводы:

- Имитационные модели Монте-Карло подходят для подбора траектории перемещения детали в теневых зонах. В результате оптимизации толщина покрытия из плазмы вакуумно-дугового разряда, выросла с 0,5-9 до 2-8,5 мкм.
- Микротвердость покрытия выросла в среднем на 30% с 920-1300 до 1300-1900 $HV_{0,05}$. В теневых зонах рост составил до 55%, что можно объяснить увеличением толщины покрытия [6]. Данный факт, согласно А. Сильве [7], положительно влияет на эрозионную стойкость детали ввиду линейности зависимости сопротивления эрозии от микротвердости.
- Оптимизация скорости вращения не оказала заметного влияния на шероховатость R_a покрытия. По стандартной технологии R_a составляла 0,26-0,45 мкм, после оптимизации 0,27-0,45 мкм. До нанесения покрытия шероховатость составляла 0,2-0,3 мкм.
- Результаты измерения адгезии методом склерометрии не продемонстрировали существенных изменений. Параметр L_{c1} составлял в пределах 12-15Н.

Благодарности

Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Государственного задания «Исследование физико-химических и механических процессов при формообразовании и упрочнении деталей для авиакосмической и транспортной техники» № FEUE-2023-0006.

Список литературы

- [1] Белоусов М. Г., Цуркаль А. А. Исследование факторов, влияющих на повреждаемость и разрушение лопаток компрессоров авиационных двигателей //Труды МАИ: электронный журнал. – 2013. – №. 65. – С. 14.
- [2] Корсунов К. А., Ашихмина Е. А. Анализ некоторых физико-технических характеристик ионно-плазменного покрытия (TiZr) N на лопатках ротора компрессора газотурбинного Двигателя ТВ3-117 //Автоматическая сварка. – 2014. – №. 2. – С. 49-54.
- [3] Selivanov K. S. et al. Erosive wear behavior of Ti/Ti (V, Zr) N multilayered PVD coatings for Ti-6Al-4V alloy //Wear. – 2019. – Т. 418. – С. 160-166.
- [4] Alqallaf J. et al. Solid particle erosion behaviour and protective coatings for gas turbine compressor blades—A review //Processes. – 2020. – Т. 8. – №. 8. – С. 984.
- [5] Rodgers T. M., Zhao H., Wadley H. N. G. Vapor deposition on doublet airfoil substrates: Coating thickness control //Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 2015. – Т. 33. – №. 6. – С. 061509.
- [6] Bull S. J. Microstructure and indentation response of TiN coatings: The effect of measurement method //Thin Solid Films. – 2019. – Т. 688. – С. 137452.
- [7] Śliwa A. et al. Computer simulation of the relationship between selected properties of PVD coatings //Archives of Metallurgy and Materials. – 2016. – Т. 61. – №. 2A. – С. 481-484.

Опыт и перспективы использования низкотемпературного химического осаждения из газовой фазы вольфрама и его соединений для улучшения эксплуатационных свойств изделий

**В А Смирнов¹, А Н Пашков¹, С А Вашин¹, В В Душик², А А
Шапоренков² и С В Евсеев¹**

¹АО НПП «ИСТОК» им. Шокина», 141190, Московская область, г. Фрязино, ул.
Вокзальная, 2а

²Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, 119071,
Ленинский проспект, 31, к. 4, Москва, Россия

E-mail: v.dushik@gmail.com

Аннотация. В докладе представлено применение низкотемпературного химического осаждения из газовой фазы (т.н. CVD-покрытий) при пониженном давлении для получения защитных и функциональных слоев на элементах узлов в изделиях, работающих в экстремальных условиях. Представлены результаты исследования процесса формирования CVD-покрытий на основе системы W-C из фторсодержащих газовых смесей, в том числе определены граничные условия формирования фазовых состояний в системе и исследованы структурно-эксплуатационные характеристики покрытий. Приведен опыт применения вакуумного метода CVD для нанесения вольфрамовых покрытий на тепловоспринимающие поверхности электровакуумных приборов сверхвысоких частот (ЭВП СВЧ). Обозначены возможности применения покрытий в различных отраслях промышленности, в том числе в нефтегазовой и химической.

1. Введение

Для работы при высоких температурах в неокислительных средах в качестве термостойкого материала нашли широкое применение материалы из вольфрама и его соединений в виде карбида. Использование тугоплавких материалов в чистом виде для изготовления деталей является нецелесообразным из-за дорогостоящей и трудоемкой механической обработки. Поэтому в разных областях промышленности применяют детали из менее дорогостоящих конструкционных сплавов с защищенными износостойкими покрытиями рабочих поверхностей [1].

Соединения вольфрама обычно, используются для создания твёрдосплавных покрытий. Для создания покрытия на основе твердого сплава чаще всего требуется наличие легкоплавкого связующего компонента, в результате чего термостойкость покрытия существенно снижается. Среди методов получения покрытий на основе вольфрама и его соединений можно выделить: газотермическое [1,2] и вакуумное напыление [1,3], а также химическое осаждение из газовой фазы [1, 4]. Получение вольфрамовых покрытий методом электрохимического восстановления является нерешенной задачей на настоящий момент, поскольку существует проблема прямого электрохимического восстановления вольфрамат-иона или оксида вольфрама с образованием металлической фазы [1]. Также, возможно получение сплавов вольфрама с никелем, кобальтом, хромом за счет «индуцированного соосаждения» [5], либо в виде композиционного покрытия при осаждении из суспензий на базе гальванических электролитов [6].

Целью работы является исследование и возможность применения покрытий на основе вольфрама и его соединений, нанесенных методом химического осаждения из газовой фазы, для улучшения эксплуатационных свойств изделий.

2. Метод химического газофазного осаждения покрытий на основе вольфрама и его соединений, а также применение покрытий в изделиях химической и нефтегазовой отрасли

Одним из перспективных подходов к созданию износостойких слоев является нанесение покрытий методом низкотемпературного вакуумного химического газофазного осаждения (CVD – chemical vapor deposition) вольфрама из его фторидов. В отличие от технологий газотермического и вакуумного напыления метод позволяет наносить покрытия на детали сложной формы, в том числе на внутренние поверхности изделий, при этом требуется лишь обеспечить нагрев покрываемой поверхности и доступ к ней реакционной газовой смеси. При участии газообразных углеводородов этот метод позволяет осаждать все известные фазы системы W-C при температурах 450-650°C и абсолютных давлениях от 10 до 10000 Па, в том числе и твердые растворы углерода в вольфраме, которые не могут быть образованы в равновесных условиях [4]. На рисунке 1 представлена зависимость микротвердости слоев системы W-C от содержания углерода в них в двух диапазонах концентрации углерода, соответствующих фазам вольфрама (рисунок 1а) и карбидов вольфрама (рисунок 1б).

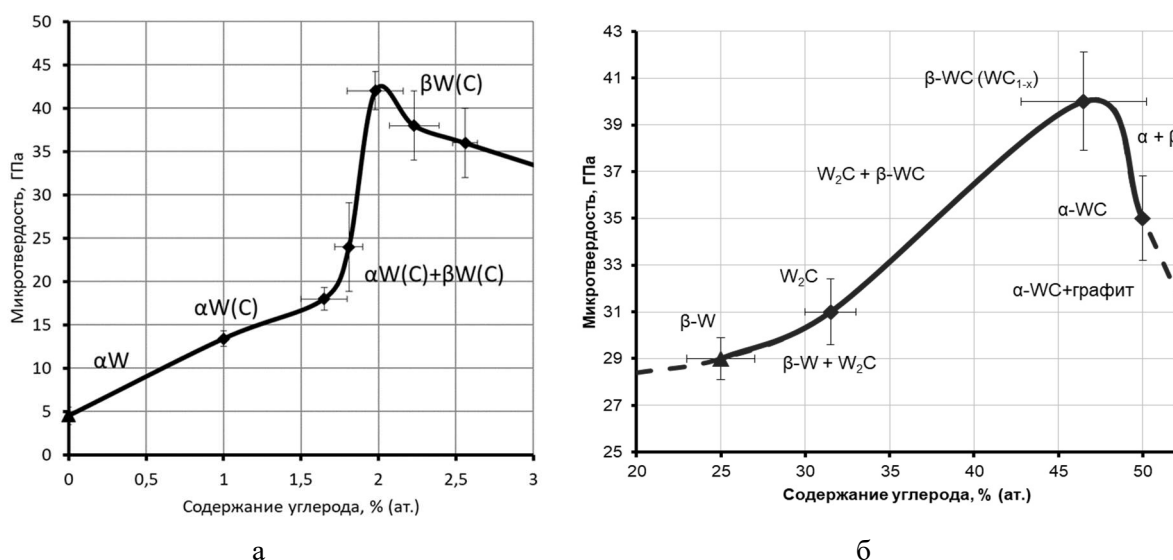


Рисунок 1. Зависимость микротвердости слоев системы W-C от содержания углерода: фазы вольфрама (а) и фазы карбидов вольфрама (б).

Применение CVD покрытий позволяет эффективно защищать поверхность как в условиях воздействия коррозионно-активных сред, вследствие их высокой коррозионной стойкости и низкой пористости (менее 0,02%), так и в условиях возникновения разрушающих механических воздействий, например, абразивного износа, вследствие высокой твердости, износостойкости и трещиностойкости получаемых покрытий. На основе проведенных исследований фазового состава и микротвердости слоев покрытия из W-C были разработаны технологии нанесения твердых покрытий для защиты ответственных узлов оборудования: детали насосов, элементы запорной арматуры и узлы управляемых систем бурения (рисунок 2) [7]. Опыт применения деталей с защитным покрытием показал, что в условиях гидроабразивного износа и коррозии детали с покрытием рабочих поверхностей работают в ~2-5 раз дольше, чем без покрытия.

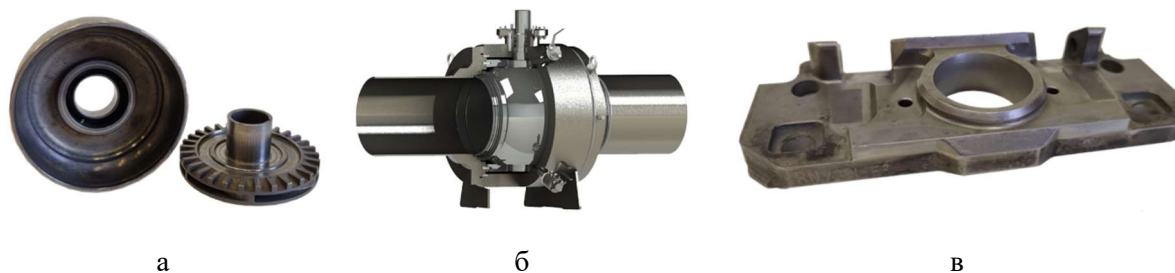


Рисунок 2. Изделия химической и нефтегазовой отрасли: рабочие узлы центробежных насосов (а), запорная арматура (б) и узлы роторно-управляемых систем бурения (в).

3. Химическое газофазное осаждение вольфрамовых покрытий для тепловоспринимающих поверхностей ЭВП СВЧ

Примером успешного применения CVD метода является применение термостойких вольфрамовых покрытий на тепловоспринимающих поверхностях ЭВП СВЧ (ламп бегущей волны, мощных клистронов, рентгеновских трубок и др.). Эффективность применения вольфрамовых покрытий в коллекторах мощных ЭВП подтверждена проведенными исследованиями. На основе исследований покрытий и процесса CVD метода была разработана и внедрена в производство приборов технология нанесения вольфрама на внутренние поверхности коллекторов. Особенность технологии заключается в получении равномерного покрытия в зоне рабочих поверхностей коллекторов ЭВП СВЧ с толщиной слоя не менее 0,6 мм. Подобраны режимы нанесения покрытия CVD на тонкостенные детали, исключая их деформацию. Проведенные исследования (рентгенофазового анализа, рентгенофлуоресцентного энергодисперсионного анализа, микроструктуры покрытия) подтвердили, что в структуре покрытия содержится чистый вольфрам (W) (карточка рентгенограммы - PDF № 00-004-0806), кристаллографические исследования покрытия CVD показали преобладающую ориентацию W по плоскости (2 0 0), а само покрытие имело низкую пористость величиной менее 0,02%.

В процессе отработки технологии нанесения было проведено исследование равномерности распределения толщины слоя нанесенного вольфрамового покрытия на тепловоспринимающую поверхность медного коллектора. На основе исследований было установлено, что неравномерность толщины слоя составила не более 10% (рисунок 3а). Хочется отметить, что полученное покрытие имеет высокую адгезионную прочность к материалам на основе меди, никеля и их сплавов, превышающую 100 МПа. Кроме того, вольфрамовые покрытия могут быть нанесены на стальные изделия через подслои никеля, полученный гальваническим или химико-каталитическим методом.

Проведенные исследования покрытий CVD показали, что адгезионная прочность вольфрамовых покрытий обеспечивает сохранение их целостности, в том числе и в условиях термического циклирования, несмотря на большую разницу в коэффициентах теплового расширения материалов покрытия и подложки. Поверхность покрытия имеет явно выраженную морфологию (рисунок 3б) и соответствует 6-му классу чистоты поверхности.

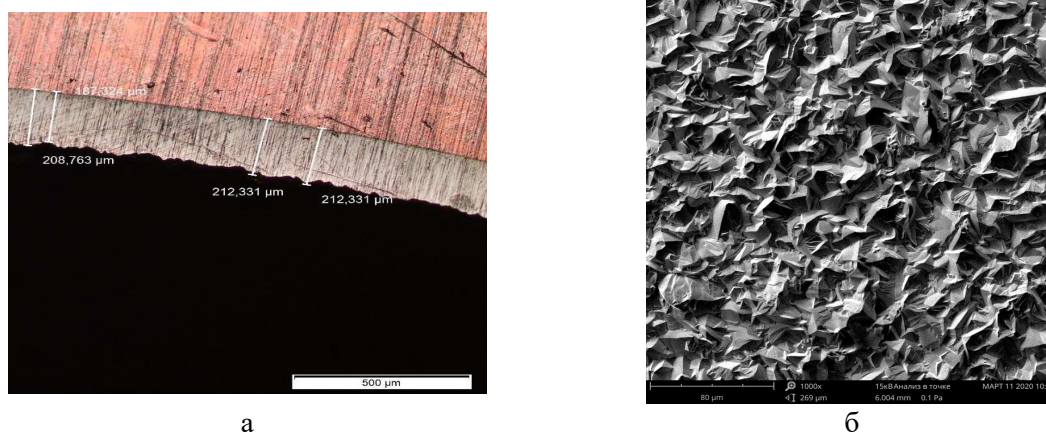


Рисунок 3. Вольфрамовое покрытие на медной поверхности клистрона: оптическая микрофотография поперечного сечения коллектора ЭВП (а) и СЭМ изображение морфологии поверхности вольфрамового покрытия (б).

4. Заключение

Вольфрам, карбиды вольфрама и покрытия на их основе уже используются в промышленности в качестве защитных слоев, стойких к высокотемпературному воздействию в бескислородных атмосферах, а также в качестве износостойких покрытий в виде упрочняющих добавок в легкоплавкие основы. Основным применением вольфрамовых покрытий является защита тепловоспринимающих поверхностей ЭВП СВЧ, позволяющая эффективно рассеивать тепловую энергию, поступающую на их рабочие поверхности в процессе работы приборов.

Увеличение износостойкости поверхностей деталей за счёт нанесения защитных покрытий на основе вольфрама может найти широкое применение и в других отраслях промышленности.

Сочетание механических и антикоррозионных свойств вольфрамовых материалов даёт возможность их активно внедрять в качестве защитных покрытий для ответственных узлов оборудования химического и нефтегазового комплекса, работающих в условиях комплексного разрушающего воздействия (трибокоррозия, абразивный износ, коррозионная эрозия, кавитация и др.).

Список литературы

- [1] Lassner E., Schubert W.D. Tungsten. Properties, chemistry, technology of the element, alloys, and chemical compounds. Springer. 1999. 422 p.
- [2] Keller T., Litnovsky A., Mauer G. et al. Innovative Tungsten Coatings for an Application in Modern and Future Fusion Devices // *Metals* 2023, 13(3), 531
- [3] H. Kim, H. J. Lee, S. H. Kim, C. Jang, Plasma thermal performance of a dual-process PVD/PS tungsten coating on carbon-based panels for nuclear fusion application / *Fusion Engineering and Design*, Vol. 109–111, Part A, 2016, P.P. 590-595.
- [4] The formation of tungsten and tungsten carbides by cvd synthesis and the proposed mechanism of chemical transformations and crystallization processes / V. V. Dushik, N. V. Rozhanskii, V. O. Lifshits et al. // *Materials Letters*. — 2018. — Vol. 228, no. 10. — P. 164–167.
- [5] G.L. Devis, C.H.R. Gentry The electrodeposition of tungsten // *Metallurgia*, 53 (1956), pp. 3-17.
- [6] Anhua Ren, Min Kang, Xiuqing Fu, Corrosion behaviour of Ni/WC-MoS₂ composite coatings prepared by jet electrodeposition with different MoS₂ doping concentrations // *Applied Surface Science*, Volume 613, 2023, 155905.
- [7] Nanostructured hard coatings: the key to safe operation of equipment in extreme conditions / Y. V. Lakhokin, V. V. Dushik, V. P. Kuz'min, N. V. Rozhanskii // *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*. — 2015. — Vol. 51, no. 7. — P. 1165–1169.

Разработка установки реактивного магнетронного распыления промышленно типа

И А Белянов¹, Д К Капустин¹ и А А Осипов^{1,2}

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251, Санкт-Петербург, Россия

² Институт минералогии УрО РАН, 456317, Миасс, Россия

E-mail: belyanov.99@mail.ru

Аннотация. Одной из важнейших технологий создания устройств микро- и нанoeлектроники являются различные методы напыления материалов. Наиболее перспективным методом с точки зрения получения широкого спектра материалов, является метод вакуумного реактивного магнетронного распыления. В рамках работы была разработана и создана установка реактивного магнетронного распыления промышленно типа, с оригинальной магнитной системой собственной разработки с повышенным КПД и безмасляной системой откачки реакционной камеры для получения высокочистых покрытий. Кроме того, было проведено напыление пленок хрома на кремниевую пластину диаметром 76 мм.

1. Введение

На сегодняшний день в микро- и нанoeлектронике для нанесения функциональных покрытий различного состава используются различные методы, такие как: эпитаксия, химическое осаждение из газовой фазы, вакуумно-термическое напыление и т.д.

По официальным данным с сайта Scopus за последние 47 лет наблюдался непрерывный рост числа публикаций по теме магнетронного распыления. Метод обладает некоторыми преимуществами перед аналогичными [1 – 3]: плотная нано- микрокристаллическая структура при полном отсутствии капельной фазы и возможность нанесения покрытий на термочувствительные материалы при низких температурах (в отличие от вакуумно-термического напыления); высокая скорость осаждения (в сравнении с катодным/диодным распылением); высокие значения физико-химических свойств металлических и керамических покрытий (в отличие от резистивного, электронно-лучевого испарения); высокая равномерность нанесения покрытий.

Магнетронное распыление позволяет напылять большой спектр покрытий [1 – 4]: полный набор металлов; керамические покрытия (TiN, ZnN и др.); нанокompозиты 2D и 3D (TiN/NbN, TiAlN/Si3 и др.); покрытия типа DLC; диэлектрики; оксид индия-олова.

Текущая работа представляет результаты по разработке и созданию установки магнетронного распыления с оригинальной магнетронной системой повышенного КПД (более 60%). Для этого было проведено моделирование магнитных линий на поверхностях нескольких мишеней с различными строениями магнитных систем.

Чтобы проверить работу установки были проведены эксперименты по напылению хромового покрытия на кремниевую подложку диаметром 76 мм.

2. Исследование магнитных свойств систем распыления различной конфигурации

Когда минимальная толщина мишени становится равной 0, то мишень приходит в негодность, так как начинает распыляться материал держателя. Поэтому при выборе конструкции магнетронной системы необходимо учитывать коэффициент использования мишени K_e [5]:

$$K_e = \frac{m_o - m_e}{m_o}, \quad (1)$$

где m_o – масса мишени до использования, а m_e – масса мишени при утилизации.

Для улучшения коэффициента было исследовано поведение магнитных линий на поверхностях нескольких мишеней в программе моделирования FEMM 4.2. В таблице 1 предоставлены все используемые виды мишеней в данной работе.

Таблица 1. Мишени и их характеристики в FEMM 4.2.

Мишень	Диаметр, мм	Толщина, мм	Электропроводность, МС/м	В-Н кривая
Al	50	6	34.45	линейная
Ni	50	6	13.34	нелинейная
Cr	76	4	0.0005	линейная
Ti	55	1.5	1.798	линейная
Au	50	0.5	43.5	линейная

В качестве примера на рисунке 1 показаны совмещенные графики модуля магнитной индукции (B) вдоль поверхности мишени Al для разных диаметров внутреннего магнита. Как видим, с увеличением диаметра на всем пространстве мишени увеличивается значения модуля B , что должно увеличивать скорость распыления.

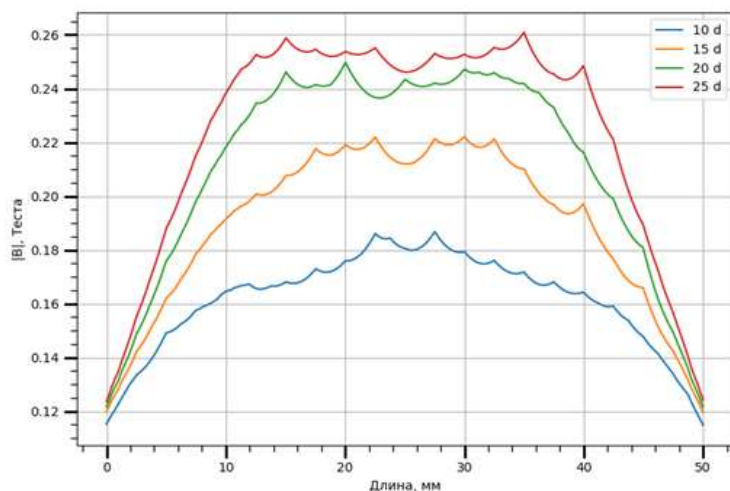


Рисунок 1. $|B|$ вдоль поверхности мишени из Al в зависимости от диаметра внутреннего магнита.

На основе экспериментов можно сделать обобщенные заключения:

- увеличение диаметра внутреннего магнита увеличивает максимальное значение модуля B вдоль поверхности мишени;
- с увеличением диаметра внутреннего магнита зоны эрозии стремятся к краям мишени;
- увеличение диаметра внутреннего магнита увеличивает модуль B_x в центрах зон эрозии;
- с увеличением диаметра внутреннего магнита зона эрозии уменьшается;
- с увеличением диаметра внутреннего магнита модуль B быстрее увеличивается при движении вглубь мишени;
- у мишеней меньшей толщины тангенс угла наклона модуля B при движении вглубь имеет большие значения и возрастает быстрее с увеличением диаметра магнита;
- у мишеней с меньшей толщиной наблюдаются большие максимальные значения модулей B на всех видах графиков.

Было решено, что самые подходящие системы со средними размерами магнитов, что позволяет увеличить область эрозии, оставив большой скоростью распыления. Данное

исследование позволит на следующем этапе создать систему с хорошим K_e и приемлемой скоростью распыления.

3. Разработка установки магнетронного распыления

На рисунке 2 показана разработанная магнетронная система с указанием следующих составных частей: 1 – электропровод для подачи отрицательного потенциала на мишень относительно экрана; 2 – штуцеры для герметизации линии подачи воды (охлаждение); 3 – основание магнетрона, удерживающее на себе магнитную систему; 4 – область расположения магнитной системы (подробности реализации не прикладываются); 5 – прижимное кольцо с регулируемой высотой для прижима мишени; 6 – медное основание, удерживающее мишень и обеспечивающее косвенное охлаждение водой; 7 – материал мишени цилиндрической формы; 8 – цельнометаллический экран с возможностью регулировки высоты (управление расстоянием между катодом – мишенью и анодом – экраном).

Магнитная система разработана специально для достижения максимальной скорости распыления при максимальной площади эрозии ($> 60\%$). Оригинальность системы заключается в особом расположении магнитов и их форме.

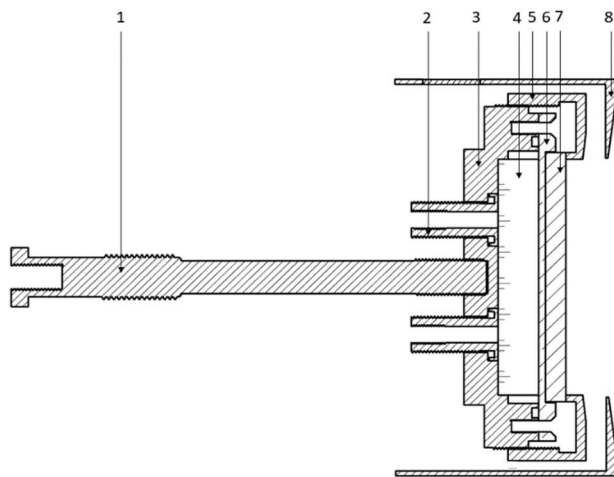


Рисунок 2. Магнетронная система в разрезе: 1 – электропровод; 2 – штуцеры; 3 – основание магнетрона; 4 – область магнитной системы; 5 – прижимное кольцо; 6 – медное основание; 7 – материал мишени; 8 – цельнометаллический экран.

На схеме 3 изображены элементы вакуумной установки: вакуумная камера (CV); сильфонный вентиль (VS), соединяющийся с комбинированным датчиком давления Пьезо/Пирани (P1); термопарный датчик давления (PT1); ВП4 – клапан напуска, предназначенный для наполнения камеры атмосферным давлением; ручной клапан (ВП1), отделяющий камеру от турбомолекулярного насоса (NR); ручной клапан (ВП2), отделяющий турбомолекулярный насос от форвакуумного насоса (NI); ручной клапан (ВП3), отделяющий камеру от форвакуумного насоса; клапан для напуска атмосферного давления в форвакуумный насос (VE1). Соединение вакуумных элементов происходит посредством фланцев (KF-40, KF-25, KF-16) и нескольких сильфонов.

В качестве форвакуумного насоса используется вакуумный спиральный насос сухого сжатия SCROLLVAC SC-5D. Такой тип насосов является безмасляным, что сильно увеличивает чистоту процесса. Предельное давление составляет 5 Па.

Используемый турбомолекулярный насос КВТ-50 способен создавать высокий вакуум до 10^{-6} Па, начиная работать с ~ 5 Па. Насос обеспечивает чистоту процесса осаждения материала на подложку за счет безмасленной откачки.

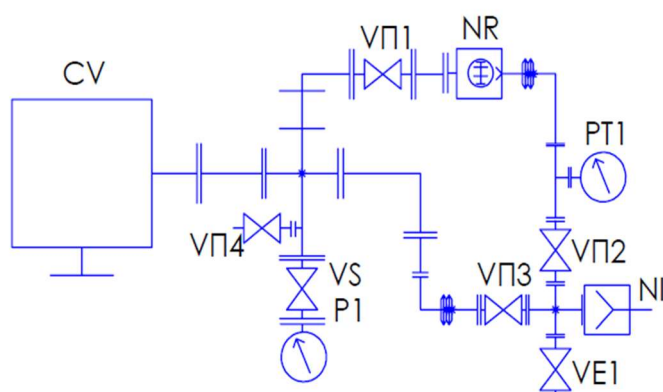


Рисунок 3. Принципиальная схема вакуумной установки: CV – вакуумная камера; VS – сильфонный вентиль; P1 – датчик давления Пьезо/Пирани; PT1 – датчик давления термопарный; VP1, VP2 и VP3 – клапаны (ручные); VE1 – клапан напуска (электромагнитный); VP4 – клапан напуска (ручной); NR – турбомолекулярный насос; NI – форвакуумный насос.

На рисунке 4 показаны элементы системы и их расположение внутри вакуумной камеры. Ключевым узлом установки является магнетронная система распыления (1) собственной разработки, позволяющая получать большую площадь распыления на мишени (2). Система имеет косвенное водяное охлаждение (3). Напыление материала происходит на подложку (4) диаметром 76 мм, расположенную на сменном подложкодержателе (5). В зависимости от подложкодержателя возможно либо осуществление вращения подложки, либо ее нагрев до температур около ~ 400 °С. Подача рабочего (Ar) и реактивного газов происходит прямо под мишень (6 и 7). Заслонка (8) необходима в первые моменты распыления, чтобы на подложку не осаждалось все то, чтобы было адсорбировано на поверхности мишени (оксиды, загрязнения). После нескольких секунд очистки мишени от грязи заслонку убирают и начинается процесс напыления. Смотровое окно (9) позволяет наблюдать за экспериментом и проводить диагностику плазмы с помощью оптических методов. Для герметичности вакуумной камеры используются вакуумные резиновые уплотнительные кольца (10) на верхнем и нижнем фланцах.

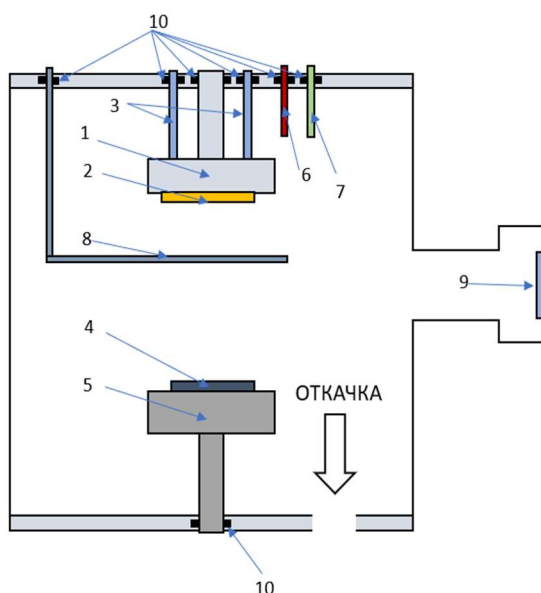


Рисунок 4. Внутренние элементы вакуумной камеры: 1 – магнетронная система; 2 – распыляемый материал (мишень); 3 – водяное охлаждение магнетрона; 4 – подложка; 5 – подложкодержатель; 6 и 7 – подача рабочего (Ar) и реактивного газа соответственно; 8 – заслонка; 9 – смотровое окно; 10 – вакуумное резиновое уплотнение.

4. Нанесение хромового покрытия

Были проведены эксперименты по нанесению пленок хрома на кремниевую подложку диаметром 76 мм. Режим нанесения покрытия: рабочее давление – 3 Па; мощность источника питания магнетрона – 122.5 Вт; расход аргона – 15 см³/мин и время напыления – 5 минут.

Результатом эксперимента является однородная пленка хрома, толщиной около 350 нм (рисунок 5), что при времени напыления 5 минут дает скорость осаждения ~ 70 нм/мин, при мощности распыления 122.5 Вт.

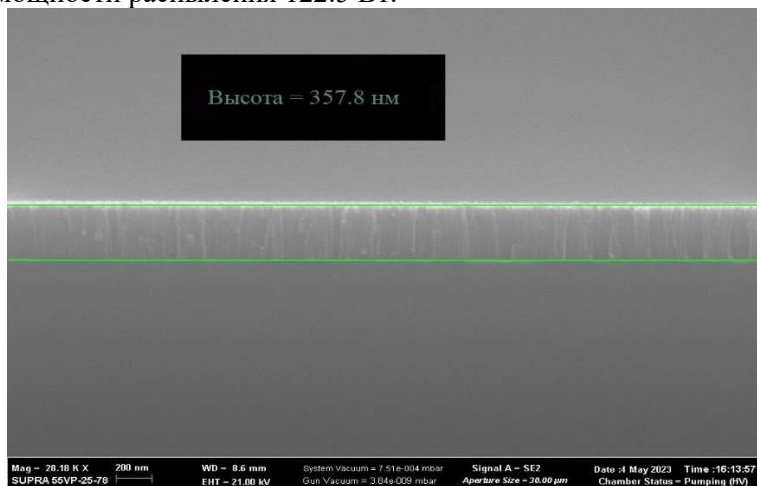


Рисунок 5. Хромовое покрытие на кремниевой подложке диаметром 76 мм.

5. Заключение

В рамках работы была разработана и создана установка реактивного магнетронного распыления промышленного типа, которая оснащена собственным магнетроном, обладающим повышенным КПД распыления, что позволяет быстрее напылять покрытия и расходовать меньшее число мишеней. В спектр возможностей установки входит напыление полного набора металлических покрытий, керамических покрытий, нанокompозитов 2D и 3D, покрытий типа DLC, диэлектриков, а также оксид индия-олова.

Проведено напыление хромового покрытия на подложку 76 мм. Пленка получилась однородной с толщиной около 350 нм, а скорость напыления составила ~ 70 нм/мин, при мощности распыления 122.5 Вт.

Список литературы

- [1] Кривобоков В. П. Учебное пособие “Плазменные покрытия (методы и оборудование)”: Часть 3 / В. П. Кривобоков, Н. С. Согучев, А. А. Соловьев – Томск: Томский политехнический университет, 2007. – с. 58 – 61.
- [2] Кузьмичев А. И. Магнетронные распылительные системы // Киев: Аверс. – 2008. – Т. 244.
- [3] Достанко А. П. Технологические процессы и системы в микроэлектронике / А. П. Достанко, В. Г. Залесский, А. М. Русецкий, В. Л. Ланин, И. Б. Петухов, Д. А. Голосов, Е. В. Телеш, С. В. Бордусов, С. М. Завадский – Минск: Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, 2009. – с. 28 – 48.
- [4] Takaki S., Aoshima Y., Satoh R. Growth mechanism of indium tin oxide whiskers prepared by sputtering // Japanese journal of applied physics. – 2007. – Т. 46. – №. 6R. – С. 3537.
- [5] Горбунов, Н. В. Прогнозирование зоны эрозии планарного магнетрона / Н. В. Горбунов, А. Г. Колесников, Ю. А. Крюков, Т. А. Смолянин // Надежность и качество сложных систем. – 2020. – № 1 (29). – С. 57–66. – DOI 10.21685/2307–4205-2020-1-7.

Структура и свойства покрытия Al-Mg-B, сформированного ионно-плазменным методом на поверхности высокоэнтропийного сплава

Ю Ф Иванов, В В Шугуров, И И Ажажа, Е А Петрикова и О С Толкачев
Институт сильноточной электроники, Сибирское отделение, Российская академия наук, 634055, Томск, Россия

E-mail: yufi55@mail.ru

Аннотация. Разработан ионно-плазменный метод формирования борсодержащих покрытий, осуществляемый в едином вакуумном пространстве, позволяющий напылять на поверхность металлических материалов аморфно-кристаллические слои толщиной до 5 мкм, обладающие высокой (≈ 10 ГПа) твердостью и износостойкостью (параметр износа $4 \cdot 10^{-6}$ мм³/Н*м), малым (0,15) коэффициентом трения.

1. Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС), возможность формирования которых была впервые продемонстрирована в начале XXI века в работах [1, 2], в настоящее время являются одними из наиболее исследуемых материалов. Обладая уникальными механическими, трибологическими, химическими и т.д. свойствами, ВЭС в недалеком будущем, как отмечается в многочисленных работах [3, 4], могут быть использованы практически во всех областях промышленности и медицины. Одной из областей применения ВЭС является атомная промышленность. Бориды и борсодержащие материалы нашли широкое применение в атомной энергетике, что обусловлено большим сечением захвата тепловых нейтронов у атомов бора [5]. Кроме этого, легированные изотопом ¹⁰B поверхности могут применяться для задач нейтронной физики, при создании детекторов нейтронов или для биологической защиты [6, 7]. Сдерживающими факторами широкого использования в промышленности существующих методик формирования борсодержащих слоев являются длительность (несколько десятков часов) и высокая температура (1273–1473 К) процесса, формирование грубых включений боридов, снижающих механические свойства материала, низкий уровень экологичности, а, в отдельных случаях, взрывоопасность процесса.

Целью настоящих исследований является разработка метода формирования на поверхности металлических материалов, в том числе и ВЭС, борсодержащих слоев и покрытий, сочетающего магнетронное ВЧ-осаждение с ионно-плазменным ассистированием.

2. Материал и методики исследования

В качестве материала подложки использовали ВЭС CoFeCrMnNi неэквиатного состава (25,2Co, 15,1Cr, 37,8Fe, 3,4Mn, 16,3Ni; ат.%) [8]. Образцы имели форму пластинок размерами 10x10x5 мм. Перед напылением покрытия поверхность образцов механически шлифовали и полировали; после помещения в камеру установки и последующего вакуумирования – дополнительно кратковременно (15 мин.) очищали плазмой аргона. Процесс напыления покрытия осуществляли на установке «КОМПЛЕКС», позволяющей последовательно осуществлять операции ионно-плазменной подготовки поверхности образцов и нанесения покрытий [9]. Была изготовлена мишень диаметром 200 мм из порошка AlMgB₁₄ [10]. Для интенсификации процесса распыления порошка AlMgB₁₄ был использован генератор газовой плазмы «ПИНК». С его помощью в рабочей вакуумной камере создавалась объёмная аргоновая

плазма. При подаче ВЧ потенциала на мишень ионы аргона извлекались из плазмы и бомбардировали мишень, производя интенсивное распыление порошка AlMgB_{14} . Схема модернизированной разрядной системы для осаждения покрытий на основе порошка AlMgB_{14} представлена на рисунке 1а; внешний вид – на рисунке 1б.

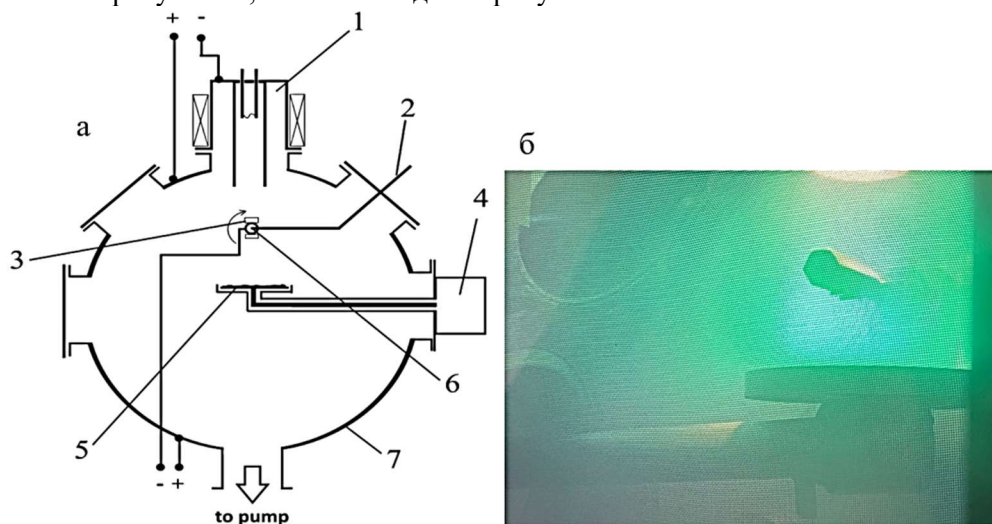


Рисунок 1. Схема разрядной системы для ионно-плазменного ВЧ нанесения покрытий (а): 1 – плазменный генератор; 2 – термопара; 3 – подложка для напыления; 4 – ВЧ-генератор; 5 – мишень; 6 – держатель для подложки; 7 – вакуумная камера; б – внешний вид разрядной системы при осаждении плёнки на основе AlMgB_{14} .

Технологический процесс нанесения покрытия состоит из следующих этапов. Образец и мишень для напыления помещаются в вакуумную камеру, производится откачка до давления $5 \cdot 10^{-3}$ Па. В камеру подается аргон до давления 0,3 Па, включается плазменный генератор, подается отрицательное напряжение смещения величиной 950 В на подложку для очистки и активации поверхности аргоновой плазмой в течение 20 минут. После обработки поверхности и нагрева подложки до температуры (350-360) °С, включается ВЧ-генератор, подключенный к мишени, для инициации процесса распыления материала. Формирование покрытия на поверхности подложки происходит в результате подачи на нее напряжения смещения 35 В. Таким образом были сформированы на поверхности образцов ВЭС покрытия толщиной 1-5 мкм.

Исследования элементного и фазового состава, состояния дефектной субструктуры системы «покрытие/подложка» проводили методами сканирующей (прибор SEM 515 Philips) и просвечивающей электронной дифракционной (прибор JEOL JEM-2100F, Japan) микроскопии. Твердость материала определяли по схеме Виккерса на нанотвердомере DUN-211S (Shimadzu, Japan) при нагрузке 30 мН. Исследование трибологических (коэффициент трения и параметр износа) характеристик материала осуществляли на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция) при следующих параметрах: шарик из стали 100Cr6 диаметром 6 мм, радиус дорожки трения 2 мм, путь, пройденный контртелом, 500 м, нагрузка на индентор 1 Н. Трибологические испытания осуществляли в условиях сухого трения при комнатной температуре.

3. Результаты исследования и их обсуждение

Методами энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа установлено, что сформированные на поверхности образцов ВЭС покрытия состава AlMgB_{14} имеют химический состав (ат. %) 94В-2.2Mg-2.2Al (остальное – захватываемы микроанализатором элементы подложки). Установлено, что бор неоднородно распределен по толщине слоя покрытия. Максимальное содержание атомов бора выявлено в поверхностном слое. По мере удаления от поверхности покрытия содержание атомов бора снижается до 52,4 ат.%. Методами

просвечивающей электронной дифракционной микроскопии установлено, что микроэлектроннограмма, полученная с покрытия, соответствует аморфному материалу (рисунок 2, в).

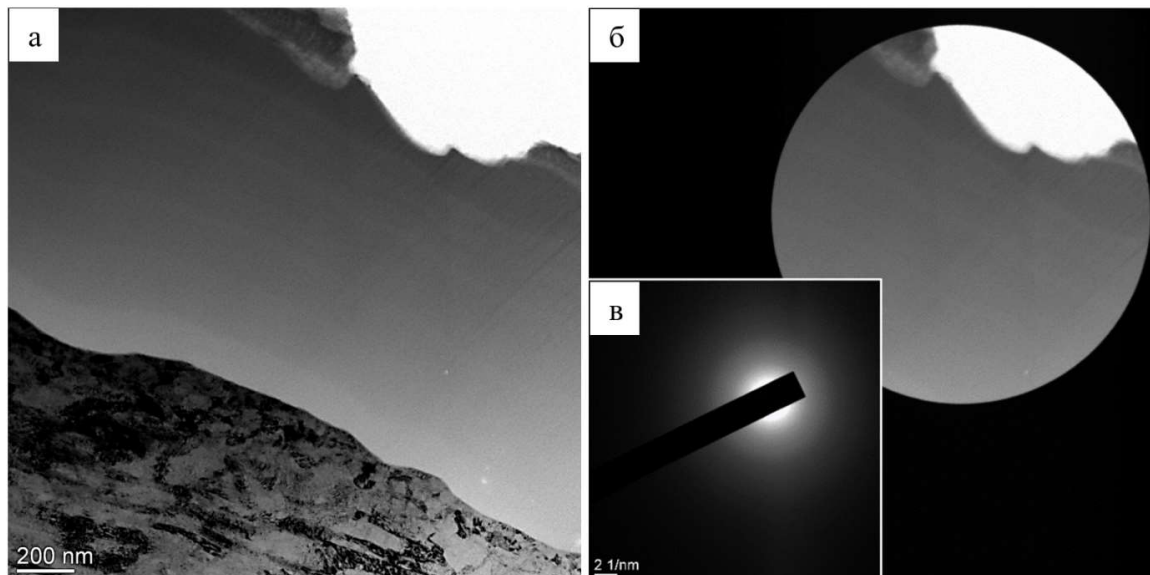


Рисунок 2. Электронно-микроскопическое изображение структуры покрытия состава AlMgV_{14} , сформированного на ВЭС; а, б – светлые поля; в – микроэлектроннограмма, полученная с участка покрытия, выделенного селекторной диафрагмой (б).

Методами прямого разрешения кристаллической решетки установлено, что покрытие можно отнести к аморфно-кристаллическим материалам, т.к. оно содержит области размерами (1,5-2,5) нм, в которых выявляются атомные ряды, т.е. имеющие кристаллическую структуру (рисунок 3).

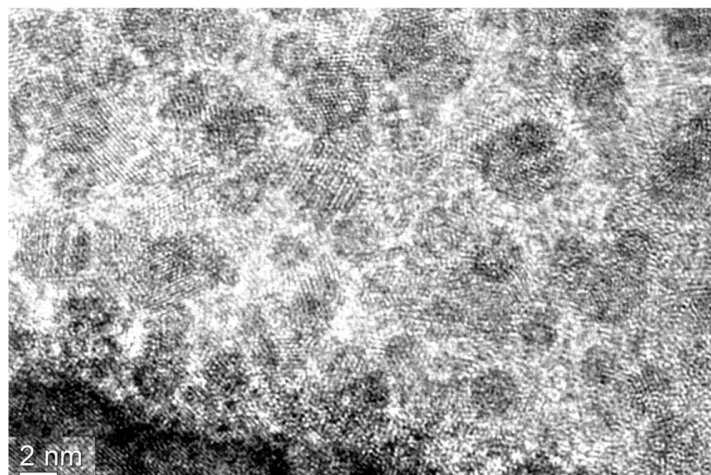


Рисунок 3. Электронно-микроскопическое изображение структуры покрытия состава AlMgV_{14} . Формирование покрытия сопровождается наноструктурированием (35-40 нм) поверхностного слоя подложки (рисунок 4, а, б). По границам наноразмерных зерен наблюдаются выделения частиц второй фазы размерами (5-8) нм (рисунок 4, б). Анализ микроэлектроннограммы (рисунок 4, в) показывает, что данные частицы являются боридами железа состава FeB .

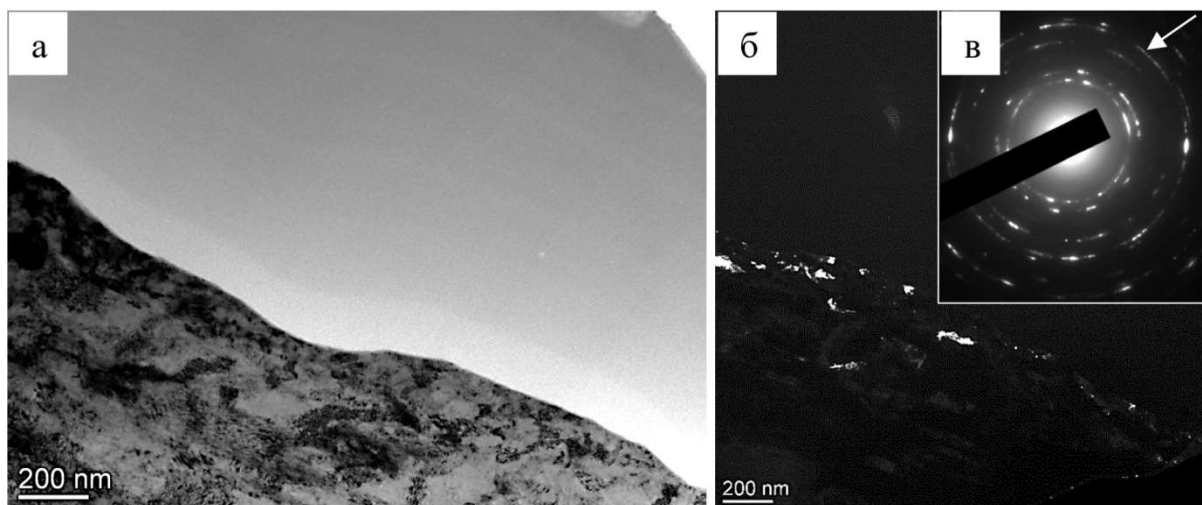


Рисунок 4. Электронно-микроскопическое изображение структуры системы «пленка/подложка»; а – светлое поле; б – темное поле, полученное в рефлексе $[222]\text{FeV} + [311]\text{ВЭС}$; в – микроэлектронграмма, стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле.

Показано, что твердость покрытия $H = 10,1$ ГПа; модуль Юнга $E = 135$ ГПа; $HV/E = 0,075$, что характерно для нанокристаллических материалов. Трибологические испытания системы «покрытие/подложка» показали, что параметра износа $k = 4 \cdot 10^{-6}$ $\text{мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$; коэффициент трения $\mu = 0,15$. Для подложки без покрытия $H = 2,1$ ГПа; $k = 2,9 \cdot 10^{-4}$ $\text{мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$; $\mu = 0,62$.

4. Заключение

Разработан метод, позволяющий формировать аморфно-кристаллические борсодержащие покрытия с концентрацией бора свыше 90 ат.%, обладающие высокой (10,1 ГПа) твердостью, низким параметром износа ($4 \cdot 10^{-6}$ $\text{мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$) и малым коэффициентом трения (0,15). Показано, что формирование покрытия сопровождается насыщением поверхностного слоя подложки атомами бора и образованием наноразмерных выделений боридов.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 19-19-00183, <https://rscf.ru/project/19-19-00183/>.

Список литературы

- [1] Cantor B, Chang I T H, Knight P, Vincent A J B 2004 Materials Science and Engineering: A. 375-377 213-18.
- [2] Yeh J.-W, Chen S.-K, Lin S.-J, Gan J.-Y, Chin T.-S, Shun T, Tsau C.-Y, Chang S 2004 Adv. Eng. Mater. 6(5) 299-303.
- [3] Miracle D B., Senkov O N. 2017 Acta Materialia 122 448-511.
- [4] Рогачев А С. 2020 Физика металлов и металловедение 121(8) 807-41.
- [5] Ворошнин Л Г, Ляхович Л С 1978 Борирование стали (Москва: Металлургия).
- [6] Polo M C, Martinez E, Esteve J, Andujar J. 1999 Diam. Relat. Mater. 8 423-27.
- [7] Eaglesham D J, Stolk P A, Gossmann H J, Poate J M 1994 Appl. Phys. Lett. 65 2305-7.
- [8] Громов В Е, Коновалов С В, Иванов Ю Ф, Осинцев К А, Шлярова Ю А, Семин А П 2022 Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов (Новокузнецк, Изд-во СибГИУ).
- [9] Devyatkov V N, Ivanov Yu F, Krysina O V, Koval N N, Petrikova E A, Shugurov V V 2017 Vacuum 143 464-72.
- [10] Nikitin P Yu, Matveev A E, Zhukov I A 2021 Ceramics International 47(15) 21698-04.

Структура и свойства покрытий TiN и AlN, нанесенных магнетронным методом, при изменении потока азота в камере

**А В Хабарова¹, В А Лапицкая¹, А Л Николаев², Е В Садырин²,
С М Айзикович² и С А Чижик¹**

¹ Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, 220072, г. Минск, Республика Беларусь

² Донской государственный технический университет, 344003, г. Ростов-на-Дону, Российская Федерация

E-mail: AV.Khabarova@mail.ru

Аннотация. Исследована структура, физико-механические и трибологические свойства покрытий TiN и AlN, осажденных при различном потоке азота в камере. Увеличение потока азота от 1 до 3 см³/мин существенно влияет на структуру, размер зерен и шероховатость покрытий. Установлено немонотонное изменение физико-механических и трибологических свойств покрытий, а поток азота 2 см³/мин позволяет получить покрытия TiN и AlN с оптимальным соотношением свойств: высоким модулем упругости и микротвердостью, низким коэффициентом трения.

1. Введение

Физико-механические и трибологические свойства конструкционных материалов являются основными показателями надежности и долговечности узлов трения, которые характеризуются твердостью и износостойкостью. Поверхностный слой является объектом, с которого начинается разрушение детали – в нем локализуются основные контактные деформационные процессы. Повышение надежности и долговечности достигается формированием на изделиях покрытий разного состава и морфологии при управлении технологическими режимами напыления [1, 2].

Покрытия, сформированные на основе нитридных и карбидных соединений, получили широкое практическое применение в машиностроении, среди которых можно выделить нитрид алюминия (AlN) и нитрид титана (TiN) [3, 4]. Покрытия TiN успешно зарекомендовали себя как средство повышения долговечности обрабатываемых инструментов благодаря высокой твердости [5], термической и химической стабильности и низкому удельному электрическому сопротивлению. Область применения покрытий TiN широка и варьируется от твердых защитных покрытий на механических инструментах до диффузионных барьеров в микроэлектронной промышленности. Нитрид алюминия, обладающий диэлектрическими свойствами, низким коэффициентом теплового расширения и высокой теплопроводностью, является перспективным материалом для практической реализации покрытий из-за своих теплофизических свойств. Композиты на основе нитрида алюминия используются в качестве защитных и ударопрочных покрытий с диэлектрическими свойствами для элементов микроэлектроники [3].

Цель работы – исследование влияния потока азота в камере при нанесении на структуру, физико-механические и трибологические свойства покрытий AlN и TiN.

2. Материалы и методы исследований

Покрытия осаждены магнетронным методом с помощью системы VSM 100 (ROBvac, Россия) при постоянном давлении в камере 0,78 Па. Мощность распыления составила 150 Вт при температуре 100 °С для AlN и 300–450 Вт для TiN при температуре 200 °С. Поток азота в камере изменялся от 1 до 3 см³/мин для каждого из покрытий. В качестве подложки использовали

кремниевые пластины ориентации (100).

Исследование и анализ особенностей морфологии, физико-механических и трибологических свойств покрытий, таких как модуль упругости, микротвердость, коэффициент трения проводили с применением наноиндентора (НИ) Hysitron 750 Ubi (США). Данный прибор позволяет проводить сканирование морфологии поверхности. Определение физико-механических свойств проводится путем внедрения конического алмазного индентора с радиусом 226 нм и записи кривой зависимости нагрузки от глубины индентирования. На каждом образце выполняли девять индентирований с постоянной нагрузкой 100 мкН для покрытий AlN и 1000 мкН для покрытий TiN. Трибологические испытания проводили методом наноскретч-тестирования (царапания) поверхности с контролем нагрузки и длины царапин. Исследования проводились по трём царапинам длиной 6 мкм за 15 сек на каждом образце. Нагрузка при тестировании составляла: 50, 75 и 100 мкН – для покрытий AlN и 500, 750, 1000 мкН – для покрытий TiN. Многоцикловое трение проводилось в течении 10 циклов (длительность 5 сек/цикл или общая длительность за 10 циклов – 50 сек) в трёх местах на каждом образце. Царапины были длиной 6 мкм.

3. Результаты и обсуждения

Изменение режимов напыления меняет шероховатость поверхности, которая очень важна в трибологическом контакте, особенно в условиях трения без смазки. Морфология покрытий TiN (а-в) и AlN (г-е) размером 10×10 мкм приведена на рисунке 1. Выявлена различная структура и изменение размера зерна на покрытиях в зависимости от потока азота.

Поверхность покрытия TiN, нанесенного при потоке азота 1 см³/мин, имеет низкую шероховатость: Ra = 14 нм и Rq = 18 нм, а покрытие, нанесенное при 3 см³/мин – Ra = 11 нм и Rq = 14 нм. Самые низкие значения Ra = 5 нм и Rq = 6 нм получены при потоке азота 2 см³/мин.

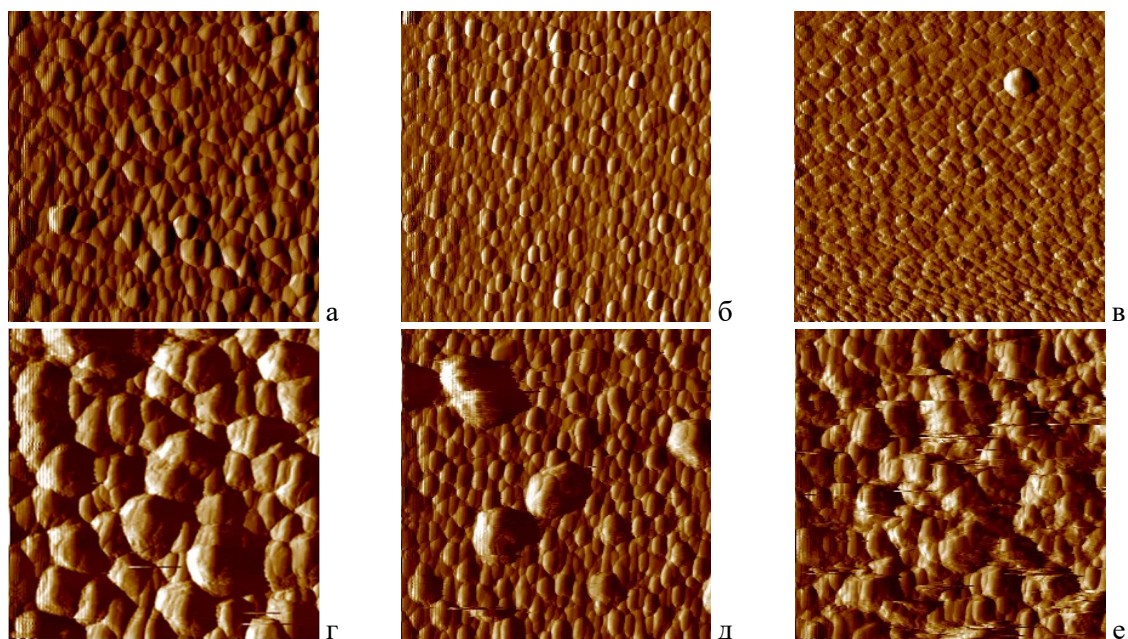


Рисунок 1. Морфология (10×10 мкм) покрытий TiN (а-в) и AlN (г-е) при потоке азота 1 см³/мин (а, г), 2 см³/мин (б, д), 3 см³/мин (в, е).

Большие глобулы размером 0,5–2 мкм на поверхности AlN (рисунок 1, г-е) существенно увеличивают значения шероховатости покрытий, полученных при различном потоке азота – Ra = 85 нм и Rq = 105 нм при потоке азота 1 см³/мин и Ra = 8 нм и Rq = 97 нм при 3 см³/мин. Поток азота 2 см³/мин влияет на снижение количества крупных глобул и значений шероховатости до Ra = 39 нм и Rq = 56 нм.

Увеличение потока азота при нанесении покрытий TiN привело к повышению физико-механических свойств: для 1 см³/мин – $E = 135 \pm 9$ ГПа и $H = 8,1 \pm 0,9$ ГПа, для 2 см³/мин – $E = 181 \pm 14$ ГПа и $H = 11,6 \pm 1,5$ ГПа, для 3 см³/мин – $E = 184 \pm 12$ ГПа и $H = 15,7 \pm 1,3$ ГПа. Для покрытий AlN, осажденных при потоке азота от 1 до 3 см³/мин, характерна другая зависимость: самые высокие механические свойства получены при потоке азота 2 см³/мин – $E = 65 \pm 16$ ГПа и $H = 1,1 \pm 0,5$ ГПа. Аналогичные значения получены при потоке азота 1 см³/мин – $E = 56 \pm 7$ ГПа и $H = 1,1 \pm 0,3$ ГПа. Механические свойства покрытия AlN, полученного при потоке азота 3 см³/мин, оказались самыми низкими – $E = 21 \pm 8$ ГПа и $H = 0,3 \pm 0,1$ ГПа, а вид кривой подвода-отвода (рисунок 2 б) характеризует высокую пластичность покрытия и сопровождается быстрым погружением индентора в материал под действием постоянной нагрузки ($F = 100$ мкН).

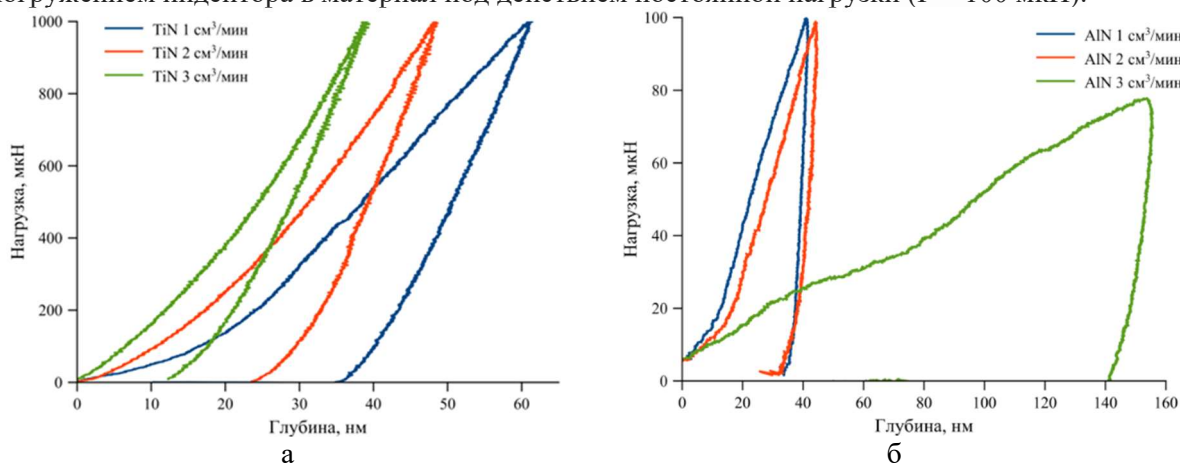


Рисунок 2. Вид кривых индентирования покрытий TiN (а) и AlN (б).

Коэффициент трения ($k_{тр}$) покрытия TiN, полученного при потоке азота 1 см³/мин, имеет самое высокое значение 0,62 (нагрузка 500 мкН) и 0,51 (нагрузка 750 и 1000 мкН). Это связано с низкими механическими свойствами (рисунок 2 а). Минимальный $k_{тр}$ 0,08–0,09 покрытий TiN получен при потоке азота 2 см³/мин. Коэффициент трения 0,27–0,3 получен на покрытии TiN, нанесенном при потоке азота 3 см³/мин.

Покрытия AlN имеют высокую шероховатость (рисунок 1 г-е), что существенно влияет на полученные значения коэффициента трения при наноскретч-тестировании. Максимальное значение $k_{тр} = 0,77$ получено при нагрузке 50 мкН на покрытии AlN, нанесенном при потоке азота 1 см³/мин. При увеличении нагрузки до 100 мкН $k_{тр}$ снижается до 0,39. Коэффициент трения $k_{тр} = 0,19$ (нагрузка 50 мкН) и 0,28 (нагрузка 75 мкН) получен на покрытии, нанесенном при потоке азота 2 см³/мин. Увеличение потока азота до 3 см³/мин привело к существенному повышению коэффициента трения до 1,03 – 1,19 за счет значительного снижения механических свойств (рисунок 2 б).

При проведении многоцикловых трибологических испытаний покрытий TiN и AlN получены зависимости коэффициента трения от количества циклов (рисунок 3).

Коэффициент трения $k_{тр}$ покрытия TiN, полученного при потоке азота 1 см³/мин, увеличивается с каждым циклом. Это связано с низкими механическими свойствами (рисунок 2 а), что приводит к высокой подверженности механическому воздействию. Наиболее стабильный результат многоцикловых испытаний получен у покрытий TiN и AlN при потоке азота 2 см³/мин. У покрытия TiN, полученного при потоке азота 3 см³/мин, значения также выходят на стабильные и малые по величине $k_{тр}$ после третьего цикла царапания (рисунок 3 а), что коррелирует с его высокими механическими свойствами. Однако, результат износа покрытия AlN (рисунок 3 б), полученного при том же потоке азота 3 см³/мин, показывает нестабильный и большой по значениям $k_{тр}$ из-за высокой шероховатости и пластичности поверхности, а также низких физико-механических свойств.

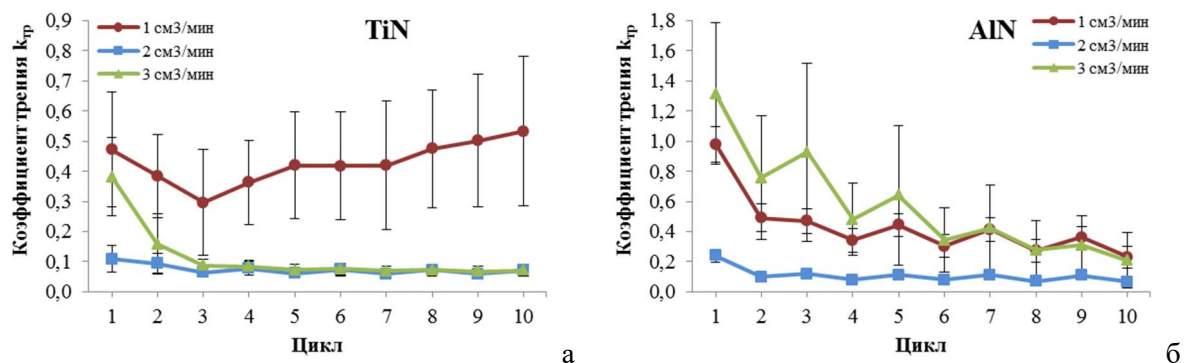


Рисунок 3. Коэффициент трения при многоцикловом царапании покрытий TiN (а) и AlN (б).

4. Выводы

Проведены исследования структуры, физико-механических и трибологических свойств покрытий TiN и AlN, осажденных при различном потоке азота в камере. В результате установлено, что наиболее оптимальным количеством потока азота в камере при нанесении покрытий TiN и AlN для получения высоких физико-механических и трибологических свойств покрытий является 2 см³/мин. Полученные покрытия имеют высокие модуль упругости и микротвердость, а также низкий коэффициент трения – $E = 181 \pm 14$ ГПа, $H = 11,6 \pm 1,5$ ГПа, $k_{тр} = 0,09$ для TiN и $E = 65,1 \pm 16,3$ ГПа, $H = 1,1 \pm 0,5$ ГПа, $k_{тр} = 0,24$ для AlN.

Благодарности

Хабарова А.В., Лапицкая В. А., Чижик С.А. благодарят за поддержку грант БРФФИ № Т23РНФ-132. Николаев А. Л., Садырин Е.В., Айзикович С.М. благодарят грант Российского научного фонда № 23-49-10062, <https://rscf.ru/project/23-49-10062>.

Список литературы

- [1] Куксенова Л И и др. 2022 Научные труды «ЖивКоМ – 2022» 182–6.
- [2] Kuznetsova T A et al. 2020 Applied Surface Science **522** 146508.
- [3] Petrov L M et al. 2019 Journal of Physics: Conf. Series **1281** 012060.
- [4] Sadyrin E V et al. 2023 Deformation and Destruction of Materials and Structures Under Quasi-static and Impulse Loading **186** 245–54 .
- [5] Gerth J et al. 2008 Wear **264** 885-92.

Моделирование теплового процесса при магнетронном распылении в аргоне сэндвич мишени Ti/Cu

Д С Шарковский, В И Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В работе выполнено исследование теплового потока, который генерирует сэндвич мишень магнетрона при распылении в аргоне. Мишень состояла из двух пластин, закрепленных на одной оси с зазором 1 мм. Внутренняя медная пластина охлаждалась проточной водой, внешняя толщиной 1 мм, изготовленная из титана, работала в горячем режиме. Изменение во времени после включения магнетрона распределения поверхностной температуры внешней пластины было определено численным решением уравнения Фурье. Для расчетов был использован пакет COMSOL Multiphysics. Эти результаты позволили определить кинетику тепловых потоков, нагревающих подложку. В данной работе представлены отдельные результаты расчетов для мощности, выделяемой на мишени, равной 1000 Вт.

Нагревание подложки при осаждении пленок методом магнетронного распыления может значимо влиять на их состав, структуру и свойства [1], [2]. В связи с этим специалистов всегда интересовало формирование тепловых потоков в процессе распыления, которые разогревали подложку с растущей на ее поверхности пленкой [3], [4].

В течение осаждения пленки методом магнетронного распыления мишень обычно эффективно охлаждают проточной водой. Установлено, что при этом подложка нагревается за счет теплового потока, содержащего несколько основных компонентов [3]:

$$Q = Q_{\text{кин}} + Q_{\text{фаз}} + Q_{\text{разр}}, \quad (1)$$

где $Q_{\text{кин}}$ – кинетическая энергия атомов, распыленных с мишени; $Q_{\text{фаз}}$ – теплота, выделенная при фазовых переходах (конденсации и кристаллизации) в слое осажденных на подложке атомов; $Q_{\text{разр}}$ – тепловой поток из газового разряда. Все потоки в (1) имеют размерность джоуль в секунду или ватт.

Типичные результаты для такого случая даны в статье [3]. В ней указано, что наибольший тепловой поток возникал при распылении вольфрамовой мишени. Атомы вольфрама в этом потоке имели среднюю кинетическую энергию порядка 40 эВ/атом. При этом доля средней кинетической энергии одного атома для всех металлов составляла примерно от 0.4 до 0.6 суммарного потока, а доля теплового потока из области разряда не превышала значения 0.25.

В более поздних работах появились исследования магнетронов, оснащенных горячими мишенями [5]–[7]. Несколько лет назад нами был предложен магнетрон с сэндвич мишенью [8], [9]. В простейшем случае сэндвич мишень содержит две параллельные пластины, закрепленные с малым зазором (1-2 мм) на одной оси. Внутренняя пластина работает в холодном режиме. Внешняя – в горячем и имеет прорезы, через которые распыляется внутренняя пластина. Магнетроны с сэндвич мишенями находятся на начальной стадии исследования.

Цель данной работы состояла в теоретическом и экспериментальном исследовании тепловых процессов при распылении сэндвич мишени, содержащей внутреннюю медную и внешнюю титановую пластины. Для описания кинетики нагрева этой мишени было использовано двухмерное однородное уравнение Фурье [8]:

$$\frac{dT(x, y, t)}{dt} - a^2 \Delta T(x, y, t) = 0, \quad (2)$$

где x и y – поверхностные координаты; a – коэффициент теплопроводности.

Для решения уравнения (2) был использован модуль «Теплопередача» пакета COMSOL Multiphysics. С особенностью геометрической модели системы вакуумная камера-мишень магнетрона можно ознакомиться в [8]. Там же приведены граничные условия задачи. В качестве начального условия принято $T(x, y)_{t=0} = 273 \text{ K}$.

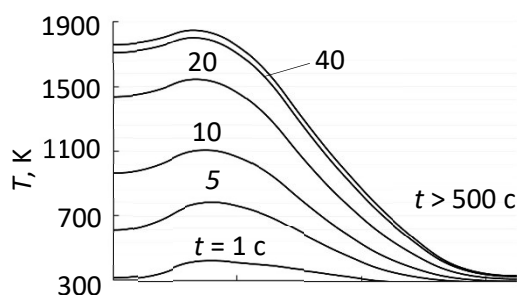


Рисунок 1. Распределения температуры поверхности внешней пластины в разные моменты времени.

Результат решения (2) дает возможность определить кинетику теплового потока, который генерирует нагретая внешняя пластина. На рис. 1 приведены половины осевых сечений (при $x > 0$) типичных распределений температуры поверхности внешней пластины. Сечения выполнены плоскостью, проходящей между прорезями. Очевидно, что в сечениях, которые включают прорези, температура в этих интервалах будет скачками уменьшаться до значений, соответствующих температуре внутренней пластины. Стационарное состояние для мишени возникает при $t > 500 \text{ c}$. Характерной чертой распределений на рис. 1 являются максимумы, расположенные вблизи распыляемой области внешней пластины. Область имеет форму кольца с внутренним радиусом 19 и внешним – 39 мм. Как установлено из рис. 1, кинетика увеличения температуры во всех точках пластины имеет экспоненциальный характер.

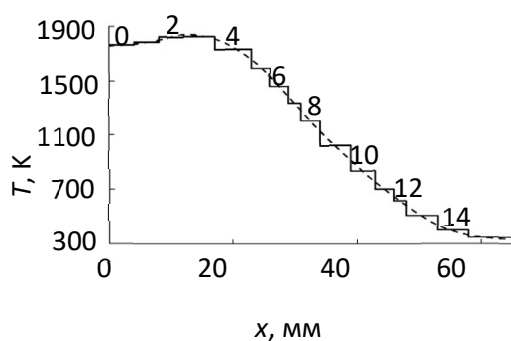


Рисунок 2. Ступенчатая аппроксимация распределения температуры поверхности внешней пластины для стационарного режима.

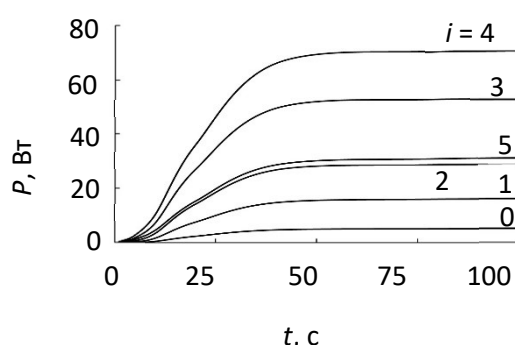


Рисунок 3. Кинетические кривые мощности, излучаемой i -ми фрагментами внешней пластины мишени.

Для расчета теплового потока, который генерирует внешняя пластина, используем модель. В ней поверхность пластины представим в виде ряда concentric figures. Центральную область образуем в форме круга с центром при $x = 0$ и радиусом r_1 . Все последующие будут представлять собою concentric rings with inner and outer diameters r_i and r_{i+1} $i = 1, 2, \dots, N-1$, соответственно. Допустим, что распределение температуры на поверхности каждого кольца

постоянно $T^*(x_i)$. Для отыскания значений r_i и $T^*(x_i)$ была выполнена ступенчатая аппроксимация зависимости $T(x)$ для каждого значения t при заданной суммарной относительной погрешности 10%. Пример одного из результатов аппроксимации показан на рисунке 2 (числами над кривой обозначены номера фрагментов внешней пластины мишени).

Каждый из выделенных на рисунке 2 фрагментов излучает поток тепла:

$$Q_{\text{ради}}(t) = \sigma(\epsilon_{\text{миш}} T_i^{*4}(t) - \epsilon_{\text{пр}} T_{\text{пр}}^4) \Delta F_i, \quad (3)$$

где $\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{К}^{-4}$ – постоянная Стефана-Больцмана; $\epsilon_{\text{миш}}$ – коэффициент излучения мишени; $\epsilon_{\text{пр}}$ и $T_{\text{пр}}$ – коэффициент излучения и температура приемника излучения; ΔF_i $i = 0, 1, 2, \dots, N-1$ – площадь концентрической фигуры внешней пластины ($i = 0$ соответствует центральному кругу). Приемником излучения в данной задаче можно считать стенку вакуумной камеры, имеющую постоянную температуру 293 К.

На рисунке 3 для примера представлена часть кинетических кривых мощности, излучаемой фрагментами внешней пластины, которые были вычислены с помощью выражения (3). Точки перегиба на всех зависимостях, показанных на рисунке 3, связаны с уменьшением влияния на обмен энергией постоянной температуры стенки при возрастающей температуры внешней пластины.

Кинетика суммарного излучения мощности внешней пластиной дана на рис. 4. Как следует из рисунка 4, в стационарном режиме при мощности 1000 Вт, выделенной на сэндвич мишени, излучаемая мощность не превышает 250 Вт.

На удаленной поверхности с учетом (3) внешняя пластина создает поток

$$Q_{\text{рад}}(t) = \sum_{i=0}^{N-1} \varphi_i Q_{\text{ради}}(t), \quad (4.8)$$

где φ_i – угол видимости или угловой коэффициент излучения, определяемый как доля полного теплового потока, излученного источником, которая попадает на заданную поверхность в удаленной точке.

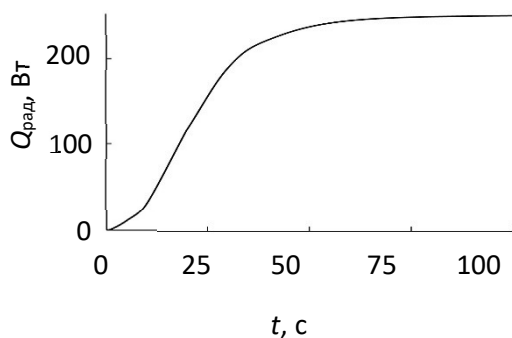


Рисунок 4. Суммарный тепловой поток, который излучает внешняя пластина.

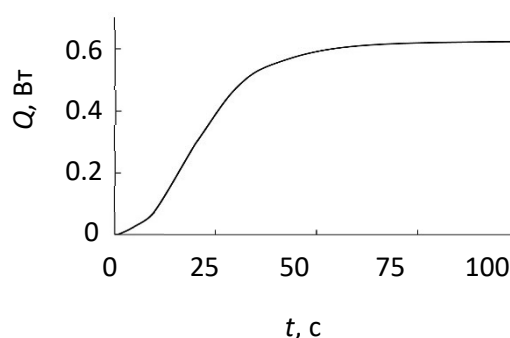


Рисунок 5. Суммарный тепловой поток, который достигает подложку.

Очевидно, что часть теплового потока, излучаемого мишенью, попадает на подложку, разогревая ее. Будем считать, что роль подложки выполняет чувствительный элемент теплового датчика. Он представляет собой медный диск площадью 100 мм², который расположен на одной оси с мишенью на расстоянии 110 мм от нее. Вычисления значений φ_i были выполнены с помощью методик из работы [10]. Конечный результат в виде кинетической зависимости полного потока, падающего на поверхность чувствительного элемента, дан на рисунке 5.

Проверка адекватности приведенного на рисунке 5 результата была выполнена нами путем сравнения с результатами измерения кинетики нагревания чувствительного элемента при давлении аргона 4 мТорр. На рисунке 6 показаны кинетические кривые, измеренные с помощью теплового датчика при разных токах разряда магнетрона с сэндвич мишенью. Известно, что в процессе распыления часть мощности (до 20%) расходуется на инициирование эмиссионных

процессов (эмиссия атомов мишени, электронов, фотонов и др.). Принятая при расчетах мощность 1000 Вт, расходуемая на нагревание внешней пластины, соответствует реальному значению мощности, выделяемой на мишени, около 3 А.

С помощью методик из работы [5], по кривым на рисунке 6 была определена зависимость от тока разряда потока тепла, нагревающего чувствительный элемент (рисунок 7).

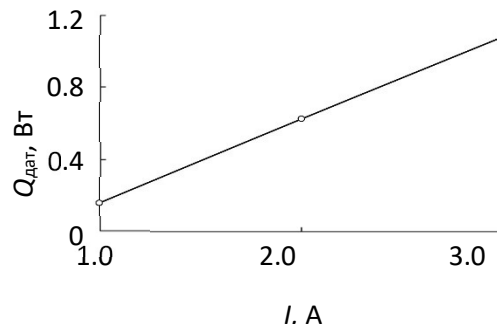
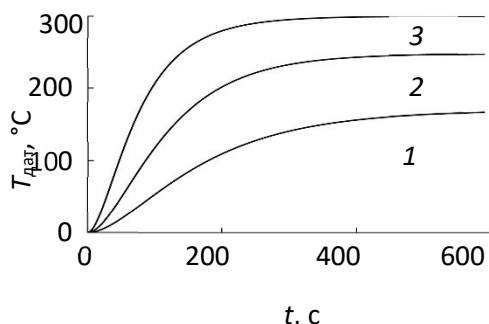


Рисунок 6. Кинетика нагревания чувствительного элемента датчика при токе (А): 1 – 1.0; 2 – 2.0 и 3 – 3.0.

Рисунок 7. Поток тепла, поглощаемый чувствительным элементом датчика.

Расчетное значение потока тепла на чувствительном элементе датчика, исходя из рис. 5, не превышает 0.6 Вт. Из экспериментального результата, показанного на рис. 7, следует, что при токе 3 А поток тепла на этом элементе примерно равен 1.1 Вт. Это может означать, что разогрев элемента происходит не только за счет теплового излучения мишени. Существуют дополнительные потоки тепла, которые переносят распыленные атомы, связанные с фазовыми переходами осажденных на элемент атомов и излучением разряда (выражение (1)).

Подводя итог, заметим, что численное решение двумерного однородного уравнения Фурье для сэндвич мишени позволило выявить ряд закономерностей. Установлено, что при мощности 1000 Вт, выделяемой на мишени, процесс увеличения температуры во всех точках внешней пластины имеет экспоненциальный характер. Нет оснований полагать, что вплоть до плавления внешней пластины вид мгновенного распределения температуры ее поверхности $T(x, y)_{t=\text{const}}$ зависит от мощности, выделяемой на мишени. Такая зависимость возможна только для основных параметров этого распределения, к которым относятся температуры в характерных точках поверхности.

В стационарном состоянии характерной чертой распределения температуры поверхности внешней пластины $T(x, y)$ является максимум $T_{\text{max}} = 1840 \text{ K}$ смещенный относительно $x = 0$. Он расположен на окружности с радиусом 12.9 мм. Эта окружность расположена внутри кольца с внутренним и внешним радиусами 19 и 39 мм, соответственно, в котором выделяется энергия ионов аргона, распыляющих мишень. Размеры кольца установлены экспериментально. Время достижения стационарного состояния незначительно превышает 500 с.

Для расчета теплового потока, который генерирует внешняя пластина, была использована модель. В ней поверхность пластины была представлена в виде ряда концентрических фигур. Центральную область образовал круг с центром при $x = 0$. Остальные имеют форму колец с внутренним и внешним радиусами r_i и r_{i+1} $i = 1, 2, \dots, N-1$, соответственно. Геометрические размеры фигур были вычислены путем ступенчатой аппроксимации мгновенных распределений температуры поверхности пластины с заданной суммарной относительной погрешностью 10 %.

Применение указанной модели позволило установить, что кинетическая кривая излучаемого теплового потока внешней пластины содержит точку перегиба, которая связана с уменьшением влияния на обмен энергией постоянной температуры стенки вакуумной камеры при возрастающей температуре внешней пластины. В стационарном режиме суммарный излучаемый внешней пластиной поток тепла не превышает 250 Вт. При этом поток тепла, достигающий чувствительного элемента датчика площадью 100 мм^2 , расположенного на расстоянии 110 мм от

поверхности пластины, не превышает 0.6 Вт. Экспериментально показано, что полученный расчетный результат является только частью теплового потока, нагревающего чувствительный элемент.

Литература

- [1] Koshy A M, Sudha A, Yadav S K, Swaminathan P 2023 Phys. B: Condens. Mater. **650** 414452.
- [2] Graillot-Vuillecot R, Thomann A-L, Lecas T, Cachoncinlle C, Millon E, Caillard A 2022 Vacuum **197** 110813.
- [3] Thornton J A 1978 Thin solid films **54** 23–31.
- [4] Cormier P, Thomann A, Dolique V 2013 Thin Solid Films **545** 44-9.
- [5] Bondarenko A S, Kolomiytsev A A, Shapovalov V I 2016 J. Phys.: Confer. Ser. **729** 012006.
- [6] Shapovalov V I Bondarenko A S, Baykov P B, Karzin V V 2016 Phys. Lett. A **380** 882–5.
- [7] Shapovalov V I, Zav'yalov A V, Meleshko (Morozova) A A 2021 Sur. Coat. Technol. **417** 127189.
- [8] Kozin A A, Shapovalov V I 2019 Sur. Coat. Technol. **359** 451-8.
- [9] Shapovalov V I 2023 J. Appl. Phys. **133** 085301.
- [10] Блох А.Г., Журавлев Ю.А., Рыжков Л.Н. Справочник, 1991. 432 с.

Разработка установки газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений для выращивания GaN на кремнии

М Г Бирюков¹, П Е Афонин¹, С А Щуренкова¹, Д Ю Пугачев¹, В В Лундин², Е Е Заварин², А Ф Цацульников², Д С Базаревский³, Е А Калаушина³

¹ АО НИИТМ, 124460, г. Москва, г. Зеленоград, Российская Федерация

² НТЦ микроэлектроники РАН, 194021, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

³ ООО «СОФТ-ИМПАКТ», 194044, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

E-mail: dpugachev@niitm.ru

Аннотация. Описываются преимущества использования III-N гетероструктур GaN на кремниевом типе подложек. Обосновывается выбор оптимальной технологии осаждения для массового производства таких структур. Обозначается общая конструкция и характеристики разрабатываемой установки газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений гетероструктур GaN на подложках кремния диаметром до 200 мм (MOCVD GaN/Si). Указываются преимущества по сравнению с современными мировыми аналогами оборудования такого типа.

1. Введение

Создание отечественного специального технологического оборудования современного технического уровня для производства изделий микроэлектроники с каждым годом становится все более актуальным. В микроэлектронике наиболее перспективным является направление создания полупроводников на основе III-N гетероструктур GaN [1], так как они отвечают постоянно возрастающим требованиям к техническим характеристикам конечных изделий, таких как СВЧ и силовые транзисторы. Современные условия на рынке микроэлектронного оборудования требуют все большего наращивания выпуска таких изделий, и как следствие растет потребность в создании оборудования для получения таких структур.

2. Преимущества использования гетероструктур GaN и применяемые типы подложек

Основным преимуществом широкозонных III-N гетероструктур на основе AlInGaN является возможность изготавливать СВЧ и силовые транзисторы с высоким пробивным напряжением, плотностью тока и мощностью, что существенно улучшает массово-габаритные параметры конечных изделий [2].

Для изготовления III-N гетероструктур GaN обычно используют подложки сапфира, карбида кремния и кремния [3]. Наиболее совершенные гетероструктуры реализуются на подложках сапфира и карбида кремния. Но, подложки сапфира имеют низкую теплопроводность и не используются для электронных применений. Подложки SiC благодаря их высокой теплопроводности и близости параметров кристаллической решетки и КТР с нитридными структурами позволяют выращивать гетероструктуры высокого качества для транзисторов, однако, такие подложки имеют высокую стоимость. Развитие нитридных технологий, сопровождающееся увеличением размеров подложек, привело к необходимости использования недорогих кремниевых подложек размером до 200 мм и, следовательно, разработке соответствующего эпитаксиального оборудования [4].

В настоящее время, основным промышленным методом изготовления III-N гетероструктур является газофазная эпитаксия из металлоорганических соединений (ГФЭ МОС) [4], что связано с ее высокой производительностью по сравнению с молекулярно-лучевой эпитаксией. К настоящему времени промышленного производства установок ГФЭ МОС в России нет.

3. Проект и команда проекта разрабатываемой установки

Если ранее в сегменте производства эпитаксиальных установок АО НИИТМ имелось только оборудование для эпитаксии моно- или поликристаллических слоев кремния на сапфире и кремнии, то теперь предприятие осваивает новое эпитаксиальное оборудование, приобретая компетенции в области разработки установок газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений для реализации технологических процессов эпитаксиального роста III-N гетероструктур на подложках диаметром до 200 мм.

Данный проект был начат в 2019 и будет закончен в 2026 году. К настоящему времени, разработан, изготовлен и испытан экспериментальный образец установки, разработана РКД на опытный образец и изготавливается опытный образец установки.

Команда проекта состоит из АО НИИТМ как головного исполнителя и соисполнителей: НТЦ микроэлектроники РАН, разрабатывающего системы и узлы установки и ПО, ООО «СОФТ ИМПАКТ», отвечающего за моделирование процессов осаждения и АО «ЭПИЭЛ», отвечающего за технологию эпитаксии.

4. Конструкция и характеристики разрабатываемой установки

Конструктивная схема установки ГФЭ МОС представлена на рисунке 1. Она состоит из 3-х блоков: электрического сверху (1), вакуумного справа (2) и основного по центру (3). Основной блок состоит из газовой системы (3.1), перчаточного бокса (3.2) для загрузки подложек, шлюза (3.3) и реакторного узла (3.4). Под газовой системой располагаются термостабилизированные ванны с металлоорганикой.

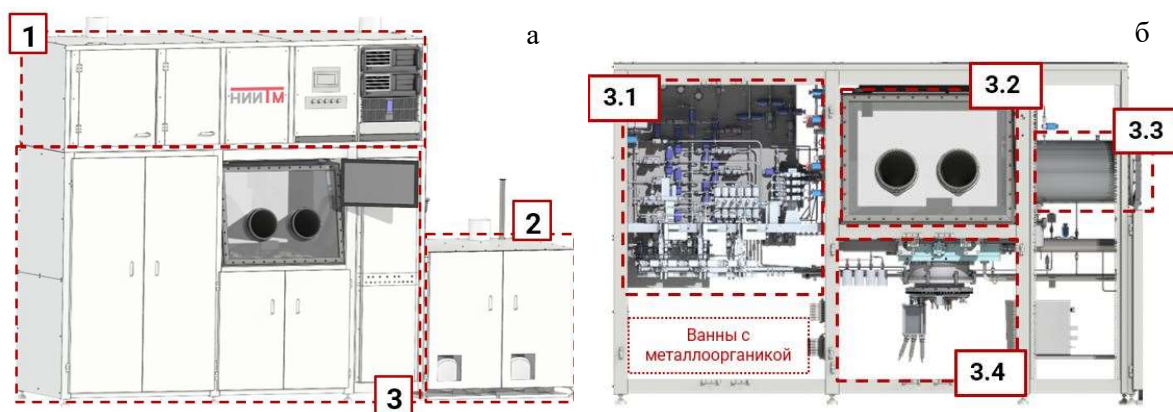


Рисунок 1. Состав установки (а) и состав основного блока (б).

Загрузка подложек в реактор осуществляется вручную через шлюз (3.3) и перчаточный бокс (3.2). В разработанной установке необходима периодическая замена внутреннего кварцевого ректора для его чистки из-за наличия депозитов на кварцевых поверхностях после процесса. Но в реактор установки заложен порт для подключения автоматического загрузчика, что в перспективе позволит реализовать автоматическую загрузку подложек.

Реакторный узел установки выполнен в горизонтальном исполнении (рисунок 2). Узел состоит из внешнего реактора с холодной стенкой (1), изготовленного из нержавеющей стали, внутреннего кварцевого реактора (2), графитового подложкодержателя (3), многозонного инжектора (4) в который подаются, смешиваются и распределяются рабочие газы над подложкой, система нагрева и вращения (5), которая осуществляет индукционный нагрев и

вращение подложки с подложкодержателем, система пирометров (6) для измерения равномерности нагрева и система *in-situ* мониторинга прогиба подложки и толщины осажденного слоя (7).

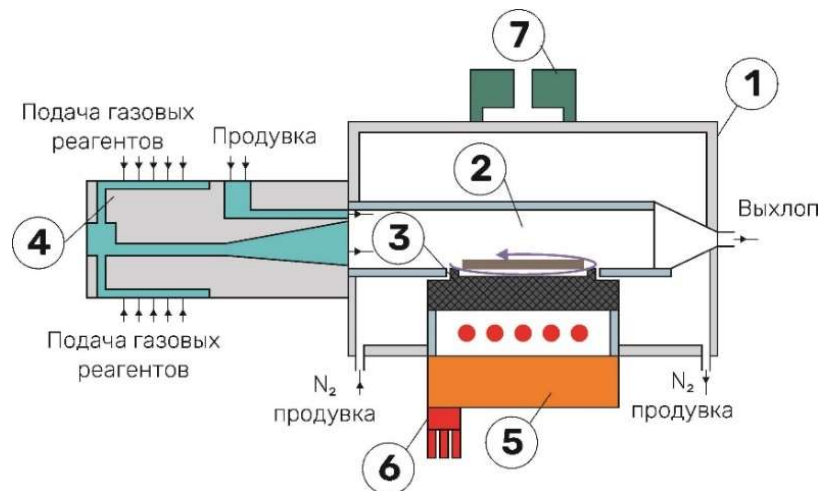


Рисунок 2. Схематичное изображение реакторного узла установки.

Конструкцией инжектора (4) предусмотрена отдельная продувка боковых и верхней стенок кварцевого реактора, для защиты от осаждения депозитов. Система нагрева и вращения (5) представляет собой вращающийся подложкодержатель с подложкой и расположенный под ними неподвижный индуктор для их нагрева. Система пирометров (6) контролирует температуру основания подложкодержателя в трех точках. Процесс эпитаксии происходит внутри кварцевого реактора (2), далее отработавшие газы из него удаляются в выхлоп. Пространство между внутренним и внешним реакторами продувается азотом для защиты последнего от проникновения газовых реагентов и продуктов реакции.

Ключевыми характеристиками и особенностями разрабатываемой установки являются:

- Количество одновременно обрабатываемых подложек: 1×200 мм, 1×150 мм, 3×100 мм, 7×76.2 мм, 13×50.8 мм;
- Многозонная инжекция компонентов в зону роста для настройки высокой однородности толщин и составов слоев твердых растворов;
- Контроль толщины и прогиба структуры во время роста (*in-situ*);
- Осаждение высокоомных буферных слоев GaN легированных Fe и C;
- Осаждение пассивирующего Si₃N₄ покрытия непосредственно в эпитаксиальном реакторе;
- Скорость роста GaN до 30 мкм/час;
- Производительность (GaN на Si): до 2000 эпитаксиальных процессов/год;
- Наличие отечественного ПО, обеспечивающего контроль ростовых параметров, безопасности процесса и анализ состояния всех элементов установки.

5. Заключение

Разрабатываемая установка ГФЭ МОС является первым отечественным образцом оборудования для выращивания III-N гетероструктур на различных типах подложек, в том числе на кремниевых диаметром до 200 мм. Благодаря оптимизированному малогабаритному реактору, малой продолжительности эпитаксиального процесса, и меньшей по сравнению с зарубежными аналогами цене установка является предпочтительным инструментом для разработки новых технологий, проведения НИОКР, а также для организации опытного производства.

Список литературы

- [1] Егоркин В И, Беспалов В А, Зайцев А А, Земляков В Е, Капаев В В, Кухтяева О Б 2020 *Известия вузов. Электроника* **25(5)** 391-401.
- [2] Бондарь Д 2018 *Компоненты и технологии. Электроника* **4** 134-7.
- [3] Бунтов Е 2017 *СВЧ электроника* **3** 48-51.
- [4] Лундин В В, Заварин Е Е, Сахаров А Ф, Цацульников А Ф, Устинов В.М. 2017 *НАУЧНОЕ ПРИБОРОСТРОЕНИЕ* **27(1)** 5-9.

Свойства плёнок Nb_3Sn , полученных с помощью одновременного дугового и магнетронного напыления

Ю Н Юрьев¹, А В Юрьева¹ и А И Савельев¹

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050, Томск, Россия

E-mail: yurjev@tpu.ru

Аннотация. Исследование посвящено определению режимов работы магнетронного распылительного устройства и электродугового испарителя, при которых происходит осаждение тонких пленок системы Nb-Sn с требуемой концентрацией Sn. Формирование тонких пленок осуществлялось методом послойного осаждения Nb и Sn. Для получения фазы Nb_3Sn покрытия отжигали в вакууме при температуре 800°C в течение 1 часа.

1. Введение

Сверхпроводники нашли широкое применение в ускорительной технике. Требования к повышению рабочих характеристик техники привело к необходимости разработки новых материалов и методов их получения. Одним из таких материалов является Nb_3Sn , обладающий критической температурой сверхпроводящего перехода $\sim 18,3$ К [1,2]. На данный момент известны такие вакуумные методы получения станида триниобия, как послойное магнетронное распыление Nb и Sn и магнетронное распыление с использованием композитной мишени Nb_3Sn стехиометрического состава [3]. Оба метода имеют недостатки, так композитная мишень является дорогой, а послойное осаждение ограничивается высоким коэффициентом распыления олова. Решение проблемы послойного осаждения заключается в увеличении скорости осаждения ниобия или снижение скорости осаждения олова. Предлагаемый метод дугового испарения Nb и магнетронного распыления Sn позволит увеличить скорость осаждения Nb.

2. Экспериментальная часть

На рисунке 1 представлена схема вакуумной камеры с расположенными внутри плазменными устройствами. Осаждение покрытия проводилось после получения в камере давления не хуже $5 \cdot 10^{-4}$ Па. Далее проводилась ионная очистка подложек из сапфира и монокристалла кремния. В качестве рабочего газа в процессе очистки и осаждения использовался особо чистый аргон.

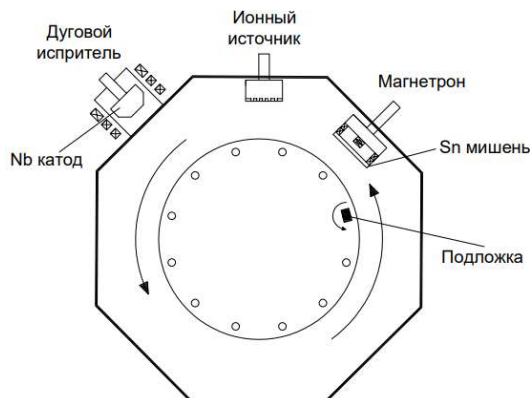


Рисунок 1. Схема эксперимента.

При осаждении пленок использовалось планетарное вращение подложек. Когда образцы проходили напротив зоны магнетрона, осаждался слой олова, при дальнейшем вращении подложки попадали в зону действия дугового испарителя, где осаждался слой ниобия. Для определения рабочего режима, при котором будет происходить формирование покрытия с содержанием олова в диапазоне от 19 до 26 ат.%, изменялась мощность, подаваемая на магнетрон, ток дугового испарителя не изменялся и был равен 140 А. Процесс проводился в течение 1 часа. Для того чтобы образовалась фаза Nb_3Sn требовалось провести вакуумный отжиг полученных пленок. Отжиг осуществлялся при давлении $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Образцы выдерживались при температуре $800^\circ C$ в течение 1 часа с последующим медленным охлаждением.

3. Результаты

Основным параметром регулирования состава была мощность подаваемая на магнетрон. На рисунке 2 представлены зависимости концентрации олова в покрытие от мощности магнетрона. Контроль состава проводился с использованием энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС).

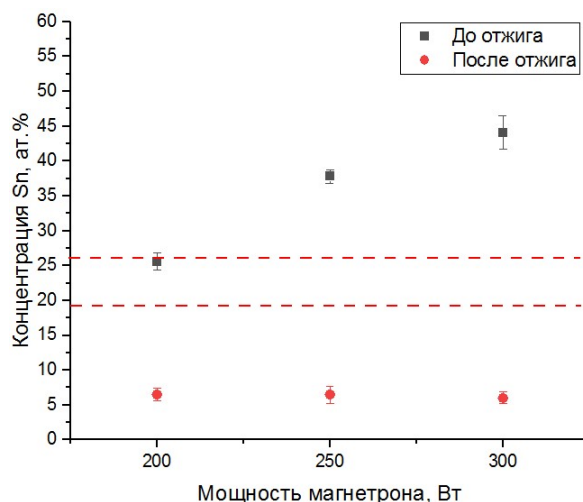


Рисунок 2. Зависимость концентрации олова в покрытии от мощности магнетрона.

При незначительном увеличении мощности магнетрона наблюдается резкое увеличение концентрации олова. Для получения целевой фазы Nb_3Sn требуется проводить отжиг пленок в вакууме. После того, как пленки были отожжены, содержание Sn выравнивается и составляет около 6,5 ат.% для всех образцов. Остаточное содержание чистого металла может говорить о том, что диффузия произошла не по всему объему пленки.

Методом рентгеновской дифракции определялся фазовый состав пленки, полученной при мощности магнетрона 200 Вт, так как только этот режим удовлетворяет условиям по концентрации олова. Полученная рентгенограмма представлена на рисунке 3.

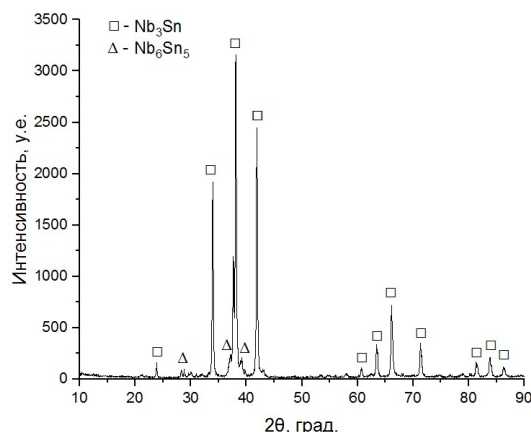


Рисунок 3. Рентгеноструктурный анализ покрытия полученного при 200 Вт на магнетроне.

Рентгенограммы пленок, после проведения отжига, характеризуются наличием пиков, соответствующих соединениям Nb_3Sn и Nb_6Sn_5 . Для покрытия характерно множество интенсивных пиков Nb_3Sn и несколько слабых пиков Nb_6Sn_5 .

Морфология поверхности пленки Nb_3Sn после проведения вакуумного отжига исследовалась с методом сканирующей электронной микроскопии.

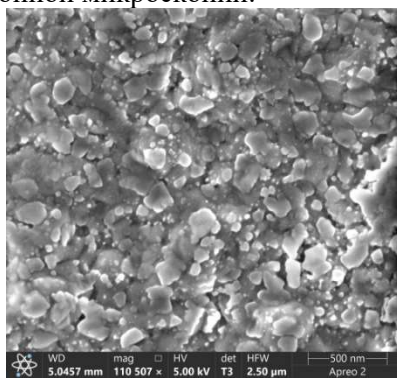


Рисунок 4. СЭМ изображение поверхности покрытия.

Полученное покрытие визуально имеет развитую поверхность с зернами размером 50-100 нм. Предположительно, более гладкую поверхность можно получить, увеличив время отжига. При более длительной выдержке при высокой температуре происходит рост более крупных кристаллитов, также происходит отжиг дефектов, что положительно сказывается на свойствах покрытия.

4. Заключение

Пленки Nb_3Sn были успешно получены послойным осаждением с использованием дугового испарителя с Nb катодом и магнетронного распылительного устройства с Sn мишенью. Оптимальной мощностью работы магнетрона является 200 Вт, так как при больших значениях концентрация олова в покрытие превышает 26 ат.%, что должно привести к образованию большого количества вредоносных фаз. Далее пленки подвергались отжигу в вакууме в течение 1 часа при температуре 800°C, что привело к образованию таких фаз, как Nb_3Sn и Nb_6Sn_5 . После отжига покрытия, удовлетворяющего условиям по составу, исследовались фазовый состав и морфология.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант РНФ № 21-12-00364).

Список литературы

- [1] Sayeed M N, Pudasaini U, Reece C E, Ereemeev G and Elsayed-Ali H E 2019 *Journal of Alloys and Compounds* **800** 272-8.
- [2] Pudasaini U, Ereemeev G V, Angle J W, Tuggle J, Reece C E and Kelley M J 2019 *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **37** 051509.
- [3] Ilyina E A, Rosaz G, Descarrega J B, Vollenberg W, Lunt A J G, Leaux F, Calatroni S, Venturini-Desolaro W and Taborelli M 2019 *Superconductor Science and Technology* **32** 035002.

Роль фаз ϵ -Ti_{0,5}Al_{0,5}N, ϵ -AlN, ϵ -TiN и ϵ -Al₂Ti в увеличении защитного эффекта покрытий Ti_{1-x}Al_xN (x<0.6) и AlN в 3% растворе NaCl

А Л Каменева и В Ф Маточкин

Пермский национальный исследовательский политехнический университет,
614990, Пермь, Россия

Аннотация. В данной работе изучено влияние фаз: ϵ -Ti_{0,5}Al_{0,5}N, ϵ -AlN, ϵ -TiN и ϵ -Al₂Ti, толщины, пористости, структурного состояния и текстуры, наличия микрокапель и несплошностей в покрытиях Ti_{1-x}Al_xN (x<0.6) на их защитный эффект в 3% растворе NaCl. Минимальной скоростью коррозии обладают покрытия Ti_{1-x}Al_xN с максимальной объемной долей фаз ϵ -Ti_{0,5}Al_{0,5}N и ϵ -AlN.

1. Введение

Защита поверхности металла от коррозии в различных средах имеет первостепенное значение и может быть достигнута путем нанесения на его поверхность различных покрытий или модификации поверхности различными методами [1]. Среди тонких покрытий соединение Ti_{1-x}Al_xN обладает наилучшей абразивной способностью и самовосстановлением в широком диапазоне агрессивных сред благодаря наличию в нем Al [2]. Однако это покрытие имеет неудовлетворительные антикоррозионные свойства при образовании внутренних дефектов: несплошностей вплоть до подложки, пор и микротрещин, выполняющих роль каналов, по которым агрессивная среда проникает к подложке [3].

В ряде работ [4-6] фазовые превращения в системе Ti-Al-N не связывают с изменением в нем содержания Al и для установления фазового состава покрытий используют Powder diffraction files. В частности, при идентификации стехиометрических соединений в Ti-Al-N используют три трехкомпонентные фазы, а именно, Ti₃AlN, Ti₂AlN и Ti₃Al₂N₂. Фаза h-Ti₃Al₂N₂ была первоначально предложена в 1990-х годах. В 2000-х годах было установлено, что это ошибочная идентификация. Фаза, первоначально считавшаяся «Ti₃Al₂N₂», на самом деле является MAX-фазой, Ti₄AlN₃ [7]. Изотермическая диаграмма перехода Ti-Al-N (1598 K) на основе Ti₃Al₂N₂ была пересмотрена с учетом присутствия Ti₄AlN_{3-x}.

Цель исследования - изучить зависимость коррозионных свойств покрытий Ti_{1-x}Al_xN в 3 мас.% растворе NaCl от соотношения образуемых в них кубических нитридных фаз ϵ -AlN, ϵ -TiN и ϵ -Ti_{0,5}Al_{0,5}N, интерметаллидной фазы Al₂Ti и гексагональной металлической фазы h-Ti. Кроме того, установить влияние материала подложек с различными теплофизическими свойствами на коррозионные свойства формируемых на них покрытий Ti_{1-x}Al_xN.

2. Материалы и методы исследования.

Покрытия Ti_{1-x}Al_xN и AlN наносили на различные подложки методом импульсного магнетронного распыления (ИМР) мишеней Al (чистота >99%) и Ti (чистота > 99%) на автоматизированной установке UNICOAT600. Кроме того, покрытия Ti_{1-x}Al_xN были осаждены методом электродугового испарения (ЭДИ) для изменения структурного состояния покрытий, их фазового и элементного состава. Использовалась модернизированная установка ННВ-И1 с композитными катодами Ti_{0,5}Al_{0,5} (производства Гиредмет). Давление газовой смеси в процессе ИМР соответствовало P=0,28 Па, в процессе ЭДИ - P=0,3 Па. Для установления влияния материала подложек на начальный этап структурообразования покрытий Ti_{1-x}Al_xN их наносили на стали Ст3, P18 и твердый сплав ВК8 с различными коэффициентами термического

расширения, Пуассона и теплопроводности (таблица 1). Размер испытательных образцов из сталей Ст3 и P18 - 10x10x3 мм, из твердого сплава ВК8 - 12x5x8 мм. Толщина подслоя TiN – 0,2 мкм, толщина покрытий Ti_{1-x}Al_xN и AlN – 2,4-2,5 мкм. Температура осаждения - 300 °С. Подробная информация о параметрах осаждения покрытий Ti_{1-x}Al_xN и AlN представлена в таблице 2.

Таблица 1. Теплофизические свойства материала подложек и покрытий Ti_{1-x}Al_xN [9].

Материал	λ Вт/(м·К)	E, ГПа	$\alpha \cdot 10^{-6}$, К ⁻¹	ν
Ст3	50	180	13,1	0,25
P18	26	214	11,3	0,25-0,33
ВК8	76	585	5,1	0,22-0,24
Ti _{1-x} Al _x N / Ст3/ ИМП		274		
Ti _{1-x} Al _x N / P18/ ИМП	4,9-5 [10]	318	7.3–7.5 [11]	0,3
Ti _{1-x} Al _x N / ВК8/ ЭДИ		284		

Таблица 2. Технологические параметры нанесения покрытий AlN и Ti_{1-x}Al_xN.
a - аморфный слой, остальные слои - поликристаллические.

№ образца	Подложка	Покрытие	Метод осаждения	U _{см} (В)	Газовая смесь (%)		I, (А)	
					N ₂	Ar	Ti (Ti _{0,5} Al _{0,5})	Al
1	P18	Подслоя - TiN	ИМП	-60	25	75	15	-
		Покрытие - AlN		-55	15	85	-	15
		Верхний слой a-AlN		-40	15	85	-	15
2	ВК8	Подслоя - TiN	ЭДИ	-280	100	-	100	-
		Покрытие - Ti _{0,59} Al _{0,41} N	ЭДИ	-280	100	-	(100)	-
3	Ст3	Подслоя - TiN	ИМП	-60	25	75	15	-
		Покрытие - Ti _{0,45} Al _{0,55} N	ИМП	-60	30	70	15	15
4	P18	Подслоя - TiN	ИМП	-60	25	75	15	-
		Покрытие - Ti _{0,44} Al _{0,56} N	ИМП	-60	30	70	15	15

Элементный состав, толщину, морфологию поверхности и изломов покрытий Ti_{1-x}Al_xN и AlN до и после электрохимических испытаний изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA 3, оснащенного спектрометром Oxford X-Max и программным обеспечением AZtec. Объемные доли фаз в покрытиях Ti_{1-x}Al_xN и AlN перед электрохимическими испытаниями исследовали на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000 в Cu-K α -излучении при напряжении 30 кВ и токе 20 мкА [6].

Модуль Юнга (E) определяли в соответствии со стандартом DIN EN ISO 14577-1 методом наноиндентации с использованием измерительной системы FISCHERSCOPE H100C и математической обработки серии полученных экспериментальных кривых нагрузки/разгрузки тестовых образцов с Ti_{1-x}Al_xN покрытиями.

3. Электрохимические измерения

Коррозионное поведение покрытий оценивали по плотности тока коррозии $i_{кор}$, поляризационному сопротивлению R_p и коррозионному потенциалу $E_{кор}$. Электрохимические измерения (поляризационные кривые, спектры импеданса) проводили в 3 мас.% растворе NaCl (на открытом воздухе) при комнатной температуре (19–22°C). В статье [6] описаны электрохимическая подготовка электродов и ход измерений. Потенциал электрода приведен в соответствии со стандартным водородным электродом. Защитный эффект покрытий P оценивали по формуле (1) [2]. Пористость PO определяли по формуле (2) [8].

$$P = \left[1 - \frac{i_{\text{кор}}}{i_{\text{кор}} \cdot \text{подл}} \right] \cdot 100\% \quad (1)$$

$$PO = \frac{i_{\text{кор}}}{i_{\text{кор}} \cdot \text{подл}} \cdot 100\% \quad (2)$$

Где $i_{\text{кор.подл}}$ - плотность тока коррозии подложки.

4. Результаты и обсуждение

Сводная дифрактограмма покрытий $\text{AlN}_{0,9}$, $\text{Ti}_{0,59}\text{Al}_{0,41}\text{N}$, $\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}$ и $\text{Ti}_{0,44}\text{Al}_{0,56}\text{N}$ представлена на рисунке 1. Объемные доли (V) фаз c-AlN, $\epsilon\text{-Al}_2\text{Ti}$, обогащенных алюминием и фаз h-Ti, c-TiN, обогащенных титаном, а также фазы c- $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$ с равными объемными долями Ti и Al, а также степень текстурированности покрытий приведены в таблице 3. На рисунке 2 представлены морфологические особенности поверхности и изломов покрытий AlN и $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ до и после электрохимических испытаний. На рисунке 3 показаны коррозионные свойства $i_{\text{кор}}$, R_p и $E_{\text{кор}}$ и пористость PO покрытий $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ и AlN.

Однотекстурное покрытие AlN имеет направление преимущественной кристаллографической ориентации (111) и текстурный коэффициент $T_{111}=0,44$ (таблица 2, рисунок 1, рисунок 2, а). Максимальная объемная доля основной кубической фазы c-AlN с электрохимически инертными свойствами составляет $V_{\text{c-AlN}}=92\%$. Объемные доли фаз h-Ti и $\epsilon\text{-Al}_2\text{Ti}$ минимальны (табл. 2). Минимальная величина $i_{\text{кор}}=0,18$ мкА·см⁻² покрытия AlN, максимальные величины $R_p=360$ кОм см², $P=98,92\%$ объясняются образованием максимальной объемной доли фазы c-AlN, обладающей электрохимической инертностью в 3% растворе NaCl, и интерметаллида Al_2Ti с $V_{\text{Al}_2\text{Ti}}=6.67\%$ с высокой коррозионной стойкостью. Обнаружен один очаг с межкристаллитной коррозией стали P18 в несплошности покрытия AlN до подложки (рисунок 2, б). Растворение мелких карбидов стали P18 вызвано ее карбидной неоднородностью.

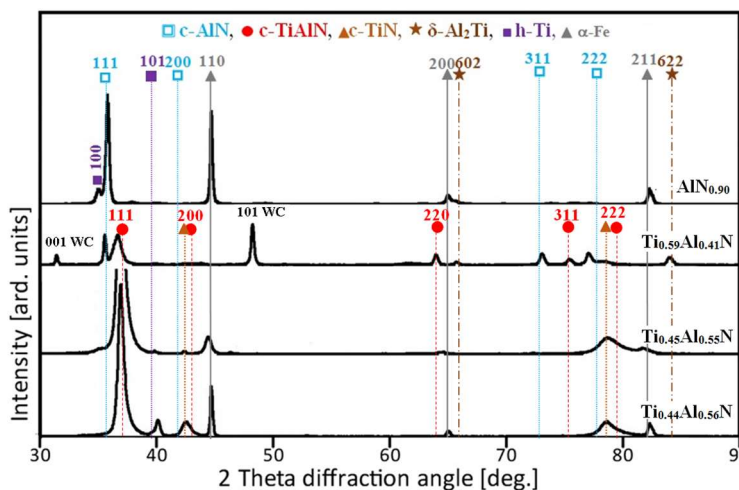


Рисунок 1. Сводная дифрактограмма участков покрытий $\text{AlN}_{0,90}$, $\text{Ti}_{0,59}\text{Al}_{0,41}\text{N}$, $\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}$, $\text{Ti}_{0,44}\text{Al}_{0,56}\text{N}$.

Таблица 3. Фазовый состав и степень текстуры (T) покрытий AlN и $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ до электрохимических испытаний без подложки.

№ образца	Покрытие	Объемные доли фаз (V,%)					T_{111}	
		c-AlN	c-TiN	$\epsilon\text{-Al}_2\text{Ti}$	h-Ti	c- $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$	c-AlN	c- $\text{Ti}_{0,5}\text{Al}_{0,5}\text{N}$
1	$\text{AlN}_{0,9}$	92	-	6.67	1.33	-	0.44	
2	$\text{Ti}_{0,59}\text{Al}_{0,41}\text{N}$	28.44	9.78	6.22	-	55.56	0.37	0.29
3	$\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}$	1.30	5.45	-	4.23	89.02	-	0.82
4	$\text{Ti}_{0,44}\text{Al}_{0,56}\text{N}$	4.53	6.02	-	-	89.45	-	0.64

№ образца	Покрытие	Объемные доли фаз (V,%)					T ₁₁₁	
		c-AlN	c-TiN	ε-Al ₂ Ti	h-Ti	c-Ti _{0,5} Al _{0,5} N	c-AlN	c-Ti _{0,5} Al _{0,5} N
1	AlN _{0,9}	92	-	6.67	1.33	-	0.44	
2	Ti _{0,59} Al _{0,41} N	28.44	9.78	6.22	-	55.56	0.37	0.29
3	Ti _{0,45} Al _{0,55} N	1.30	5.45	-	4.23	89.02	-	0.82
4	Ti _{0,44} Al _{0,56} N	4.53	6.02	-	-	89.45	-	0.64

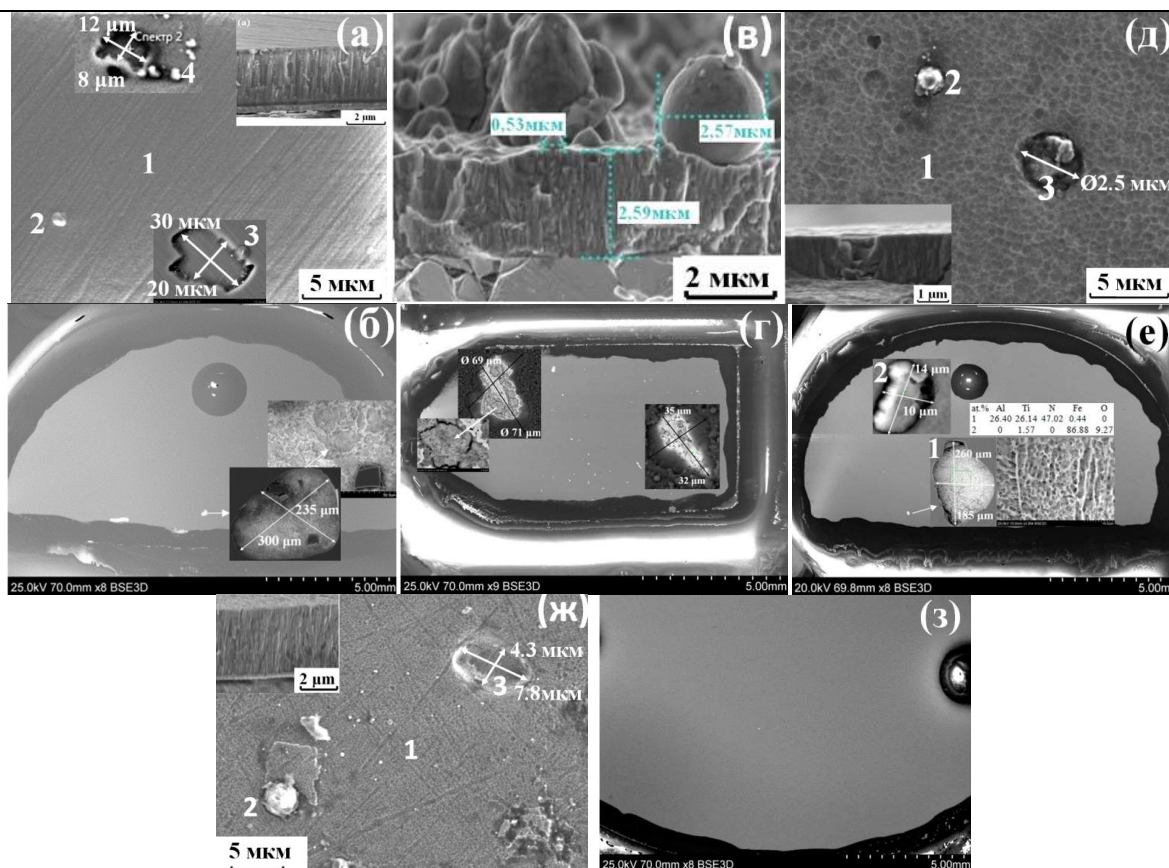


Рисунок 2. Морфологические особенности покрытий AlN, Ti_{0,59}Al_{0,41}, Ti_{0,45}Al_{0,55}N и Ti_{0,44}Al_{0,56}N до (а), (в), (д) и (ж) и после испытаний в 3% растворе NaCl (б), (г), (е) и (з).

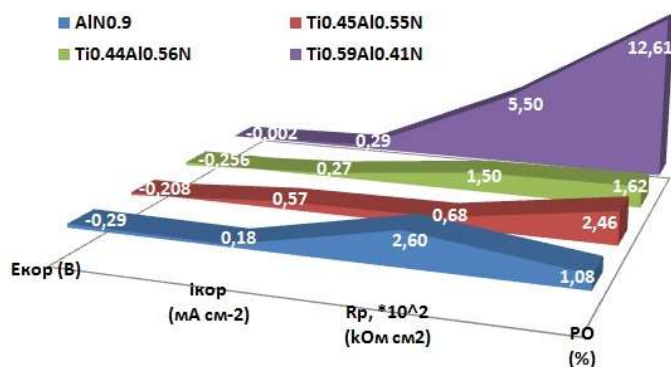


Рисунок 3. Коррозионные свойства покрытий: AlN, Ti_{0,59}Al_{0,41}, Ti_{0,45}Al_{0,55}N и Ti_{0,44}Al_{0,56}N в 3% растворе NaCl.

Двухфазное двухтекстурное покрытие $Ti_{0.59}Al_{0.41}N$ содержит максимальную объемную долю фазы $c-AlN$ (28,44 %) и минимальную объемную долю фазы $c-Ti_{0.5}Al_{0.5}N$ (55,56 %). На поверхности покрытия $Ti_{0.59}Al_{0.41}N$ образуются многочисленные аморфные микрокапли с \varnothing от 0,53 до 2,57 мкм, что характерно для метода ЭДИ (рисунок 2, в). Обнаружены очаги коррозии с размерами 69x71 мкм, 32x35 мкм в местах образования металлических тел (рисунок 2, г). Однофазное и однотекстурное покрытие $Ti_{0.45}Al_{0.55}N$ с преимущественной кристаллографической ориентацией (111) имеет максимальный текстурный коэффициент $T_{111}=0,82$ и высокую объемную долю фазы $c-Ti_{0.5}Al_{0.5}N$ 89,02% (таблица 2, рисунок 1, рисунок 2, д). О максимальной скорости коррозии в 3% растворе NaCl как подложек, так и покрытия $Ti_{0.45}Al_{0.55}N$ можно судить по максимальной плотности тока коррозии $i_{кор}=0,57$ мкА·см⁻², большому значению отрицательного коррозионного потенциала $E_{кор}=-0,256$ В, минимальным значениям $R_p=68$ кОм·см² и защитного эффекта покрытия $P=97,54\%$. На поверхности всего исследуемого образца, покрытого $Ti_{0.45}Al_{0.55}N$, были обнаружены два крупных коррозионных повреждения (рисунок 2, е). Локальное разрушение кристаллического тела 1 размерами 10x14 мкм произошло после проникновения раствора через его дефекты. Крупный разрыв 2 (185x260 мкм) с коррозионно-эрозионным разрушением стали Ст3 образовался вследствие проникновения раствора через дефекты покрытия вплоть до подложки и ее дальнейшего растрескивания (рисунок 2, е). Максимальное коррозионное разрушение покрытия $Ti_{1-x}Al_xN$ и стали Ст3 можно объяснить максимальной разницей теплофизических свойств стали Ст3 и покрытия $Ti_{1-x}Al_xN$ и присутствием в покрытии гексагональной фазы $h-Ti$ с нежелательными полупроводниковыми свойствами, низкой коррозионной стойкостью и твердостью (табл. 1). В однофазном однотекстурном покрытии $Ti_{0.44}Al_{0.56}N$ образуется максимальное количество кубической фазы $c-Ti_{0.5}Al_{0.5}N$ с $V_{c-Ti_{0.5}Al_{0.5}N}=89,45$ % и большим текстурным коэффициентом данной фазы $T_{111}=0,64$ (таблица 2, рисунок 1, рисунок 2, ж). После электрохимических испытаний очагов коррозии и растравления поверхности покрытия $Ti_{0.44}Al_{0.56}N$ и стали P18 не обнаружено (рисунок 2, з).

5. Заключение

Установлена зависимость коррозионных свойств покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ в 3 мас.% растворе NaCl от соотношения образуемых в них фаз $c-AlN$, $c-TiN$ и $c-Ti_{0.5}Al_{0.5}N$, Al_2Ti и $h-Ti$. Минимальной скоростью коррозии обладают электрохимически инертное покрытие AlN и покрытие $Ti_{0.44}Al_{0.56}N$ с максимальной объемной долей фаз $c-AlN$ и $c-Ti_{0.5}Al_{0.5}N$, соответственно. Сталь P18 и твердый сплав ВК8 с наиболее близкими теплофизическими свойствами с покрытием $Ti_{1-x}Al_xN$ разрушаются в дефектах поверхности в меньшей степени, чем Ст3. Причиной коррозионного разрушения покрытия $Ti_{0.59}Al_{0.41}N$ являются его металлические капельные тела.

Высокие коррозионные свойства покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ также объясняются образованием на всей поверхности подложки химически пассивного оксидного слоя Al_2O_3 с $V_{оксид}/V_M=1,21$, полностью закрывающего поверхность подложки, высокой плотностью покрытия, его минимальной пористостью 1,08% и оптимальной толщиной покрытий 2,6-2,7 мкм. Однако наиболее отрицательный коррозионный потенциал покрытия AlN $E_{кор} = - 0,29$ В противоречит существующему мнению о высокой коррозионной стойкости покрытий с наиболее положительным потенциалом коррозии $E_{кор}$ [4].

Благодарности

Авторы выражают благодарность Владимиру Кичигину за проведение электрохимических испытаний и определение коррозионных свойств покрытий.

Список литературы

- [1] Abdi F, Savaloni H 2017 Transactions of Nonferrous Metals Society of China 27(3) 701–10.
- [2] Yoo Y H, Le D P, Kim J G, Kim S K, Vinh P V 2008 Thin Solid Films 516(1) 3544–8.
- [3] Jin J, He Z, Zhao X 2020 Materials Chemistry and Physics 245 e122739.
- [4] Woo J H, Lee J K, Lee S R, and Lee D B 2000 Oxidation of Metals 53 529–537.

- [5] Pogrebnyak A D, Drobyshevskaya A A, Beresnev V M, Kylyshkanov M K, Kirik T V, Dub S N, Tuleushev Y Z 2011 *Technical Physics*56(7) 1023–1030.
- [6] Kameneva A L, Kichigin V I, Bublik N V 2022 *Journal of Materials Engineering and Performance*31(12) 10402–11.
- [7] Barsoum M W 2000 *Progress in Solid State Chemistry*28(1-4) 201-281.
- [8] Mrochek Zh A, Vershina A K, Latushkina S D 2003 *Materials of the 5th Intern. Practical Conf.-exhibitions. SPb* 36-9.
- [9] Лоладзе Т Н 1982 *Прочность и износостойкость режущего инструмента. М.: Машиностроение* 320 с.
- [10] Samani M K, Ding X Z, Khosravian N, Amin-Ahmadi B, Yang Yi, Chen G, et. al. 2015 *Thin Solid Films*578 133–8.
- [11] Xian G, Xiong J, Zhao H, Fan H, Li Z, Du H 2019 *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 10505.

Ламинированный текстильный материал с экранирующими свойствами

А Е Карноухов¹, Э Ф Вознесенский², Ю А Тимошина² и Я О Желонкин¹

¹ ООО «ФЕРРИ ВАТТ», 420087, Казань, Россия

² ФГБОУ ВО «КНИТУ», 420015, Казань, Россия

E-mail: a.carnouhov@yandex.ru

Аннотация: В статье представлены результаты исследования комплекса свойств металлизированных текстильных материалов, ламинированных полимерными пленками методом термопрессования. Нанесение медного покрытия на поверхность текстильного материала производилось методом магнетронного распыления. Для повышения адгезии металлического покрытия к подложке использовалась предварительная обработка в плазме высокочастотного емкостного (ВЧЕ) разряда пониженного давления, осуществляемая в пределах одного технологического цикла непосредственно перед напылением металла. Установлено, что полученные металлизированные текстильные материалы обладают коэффициентом экранирования до 50 дБ, а использование для ламинирования перфорированных пленок позволяет получать материалы, обладающие воздухо- и паропроницаемостью. Применение ВЧЕ плазменной модификации позволяет повысить адгезию полимерных материалов к металлическим покрытиям, что способствует увеличению износостойкости получаемых текстильных материалов с экранирующими свойствами.

1. Введение

Актуальность разработки функциональных текстильных материалов с защитными экранирующими свойствами возрастает с каждым годом. Особую значимость экранирующие ткани имеют при изготовлении защитных индивидуальных комплектов одежды для работников, которые в ходе своей деятельности находятся вблизи источников мощного электромагнитного излучения [1]. Для получения экранирующих текстильных материалов важным является наличие электропроводящего слоя, способного обеспечить низкое поверхностное сопротивление. Для получения текстильных материалов, обладающих экранирующими свойствами, могут использоваться различные подходы, среди которых одним из перспективных направлений является нанесение на текстильные материалы металлических покрытий.

Для получения текстильных материалов, обладающих экранирующими свойствами, могут использоваться различные подходы, среди которых одним из перспективных направлений является нанесение на текстильные материалы металлических покрытий. Использование метода магнетронного распыления позволяет наносить на текстильные материалы различной структуры и волокнистого состава металлические и металлсодержащие покрытия высокой равномерности, а метод характеризуется высокой производительностью и отсутствием деструктирующего воздействия на поверхность полимерных материалов

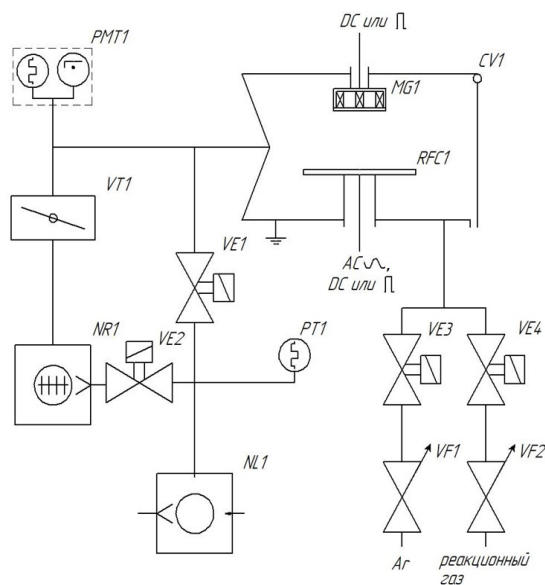
2. Объекты и методы исследования

В качестве объектов исследования выбраны полиэфирная (ПЭФ) ткань полотняного переплетения арт. 05С8-КВ производства ОАО «Моготекс», г. Могилев, респ. Беларусь; полиэтиленовая (ПЭ) пленка производства ООО «Данафлекс-Нано», г. Казань и термопластичная полиуретановая (ПУ) пленка PLATILON® H2 производства ООО «ЭЛАСТОИМПЭКС», г. Зеленоград.

Для ВЧЕ плазменной модификации образцов и последующего напыления металлического покрытия использовалась модульная плазменная установка для нанесения тонких металлических покрытий [2], расположенная на базе ресурсного центра ООО «Ферри Ватт» (рисунок 1). Используемое оборудование позволяет производить предварительную активацию материала в плазме ВЧЕ-разряда пониженного давления и нанесение металлических покрытий в пределах одного технологического цикла. Активация поверхности текстильных материалов проводилась при удельной мощности разряда $0,16 \text{ Вт/см}^2$; давление в вакуумной камере 30 Па , продолжительность обработки $2,5 \text{ мин}$. Металлизацию материалов осуществляли при давлении $0,4 \text{ Па}$, удельной мощности магнетрона 25 Вт/см^2 , в течение 2 мин в плазмообразующем газе аргон, в качестве мишени использовали бескислородную медь М0Б.



а



б

Рисунок 1. Модульная вакуумно-плазменная установка PlasmaModular: внешний вид (а) и функциональная схема (б).

Для нанесения металлического покрытия использовали образцы ПЭФ ткани, а также образцы, полученные путем ламинирования ПЭФ ткани сплошными и перфорированными ПЭ и ПУ пленками. Использование перфорированных полимерных пленок обеспечивает возможность получения ламинированных текстильных материалов, обладающих высокими показателями воздухо- и паропроницаемости.

Для изготовления опытных образцов ламинированных текстильных материалов перфорирование полимерных пленок осуществляли отверстиями круглой формы диаметром 5 мм с шагом 8 мм . Степень перфорации (отношение суммарной площади отверстий к полной площади полимерной пленки) составляла 35% . Ламинирование текстильных материалов в целях упрощения технологии и минимизации поверхностной плотности материала проводили методом термопрессования.

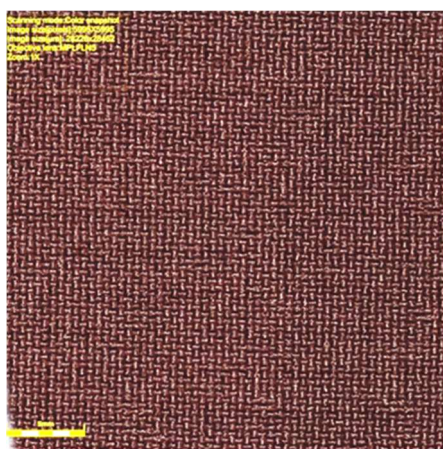
3. Результаты и обсуждение

Для оценки экранирующих и эксплуатационных свойств получена серия образцов текстильных материалов с металлическими покрытиями (таблица 1).

Таблица 1. Характеристика образцов текстильных материалов с металлическими покрытиями.

№ образца	Полимерная пленка	ВЧЕ-активация
1	Нет	Нет
2	Пленка ПУ сплошная	Нет
3	Пленка ПЭ перфорированная	Нет
4	Пленка ПЭ перфорированная	Да
5	Пленка ПУ перфорированная	Нет
6	Пленка ПУ перфорированная	Да

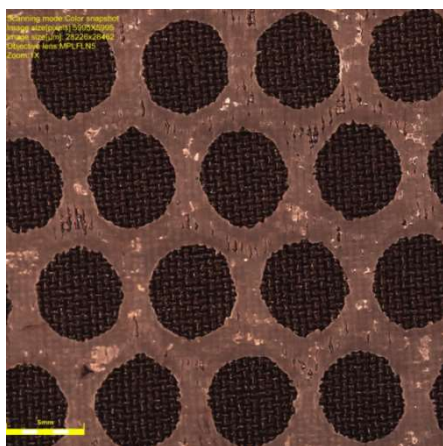
На рисунке 2 представлен внешний вид образцов металлизированных текстильных материалов, полученный с помощью КЛСМ. Результаты испытаний образцов представлены в таблице 2.



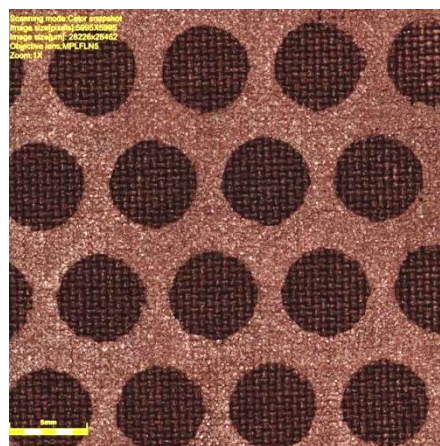
Образец №1



Образец №2



Образец №4



Образец №6

Рисунок 2. КЛСМ-изображения металлизированных образцов.

Таблица 2. Результаты испытаний по оценке экранирующих и эксплуатационных свойств металлизированных текстильных материалов.

№ образца	Коэффициент экранирования, дБ*	Устойчивость к многократному изгибу, циклы	Воздухопроницаемость, дм ³ /(мин см ²)	Паропроницаемость, мг/(см ² ч)
1	Нет	-	44	22

2	53	530	0,03	0,9
3	45	420	42	18
4	45	820	42	18
5	43	600	43	19
6	43	900	43	19

Результаты проведенных исследований позволяют сделать вывод, что нанесение металлических покрытий на ткани, ламинированные полимерными пленками, позволяет получить текстильные материалы, обладающие электропроводящими и экранирующими свойствами. Коэффициент экранирования для металлизированных текстильных материалов, ламинированных сплошными пленками, составляет до 53 дБ, ламинированных перфорированными пленками – до 45 дБ.

Использование в составе металлизированных текстильных материалов перфорированных полимерных пленок позволяет получать экранирующие текстильные материалы с сохранением воздухо- и паропроницаемости. Применение ВЧЕ плазменной модификации позволяет повысить адгезию полимерных материалов к металлическим покрытиям, что способствует увеличению износостойкости получаемых текстильных материалов с экранирующими свойствами на 50...95 %.

4. Выводы

Результаты представленных исследований позволяют сделать вывод, что полученный материал обладает достаточным коэффициентом экранирования для применения с целью экранирования электромагнитного излучения. Перфорирование полимерной пленки позволило сохранить гигиенические свойства, что позволяет использовать приведенный материал в качестве защитного слоя защитной спецодежды. Предварительная плазменная обработка позволяет значительно повысить устойчивость металлического покрытия к истирающим нагрузкам.

Список литературы

- [1] Nikolaev S D, Sil'chenko E V 2015 *Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta [Bulletin of Kazan technological university]* **T 18 № 15** 161–6.
- [2] Harapud'ko Yu V, Karnouhov A E, Timoshina Yu A, Voznesenskij E F 2021 *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Seriya Tekhnologiya Tekstil'noi Promyshlennosti [Textile Industry Technology (Series Proceedings of Higher Educational Institutions)]* **4** 161-7.

Вакуумно-плазменная технология модифицирования наполнителей для композиционных материалов

В А Стратанович, Л Ф Иванов

Институт механики металлополимерных систем имени В. А. Белого НАН Беларуси, 246050, г. Гомель, Беларусь

E-mail: vitalystratanovich.mpri@gmail.com

Аннотация. Рассматривается опыт предварительной подготовки наполнителей для полимерных композиционных материалов на различных матрицах с использованием воздействия низкотемпературной плазмы, изложены преимущества метода. Приводятся данные различных коллективов авторов по исследованию закономерностей эффективного плазменного модифицирования волокнистых наполнителей с целью улучшения эксплуатационных характеристик композиционных материалов.

Современное машиностроение развивается по пути все более широкого использования композиционных материалов (КМ). Использование различных комбинаций «матрица – наполнитель» можно в довольно широком диапазоне регулировать свойства получаемых материалов, однако возможности их усиления таким образом постепенно исчерпывают себя. Помимо этого, не до конца раскрыт вопрос влияния так называемой зоны межфазного взаимодействия, что является наиболее сложным вопросом композиционного материаловедения, особенно ввиду постоянно расширяющейся номенклатуры материалов.

Обозначенные проблемы вынуждают исследователей прибегать к специальным способам подготовки компонентов КМ. Так, используются ионно-плазменные [1...4], лазерные [2], электронно-лучевые [5], ультразвуковые [6, 7], электромагнитные [8], механические [7, 9], растворные [10], электрохимические [11] и многие другие технологии и их комбинации, призванные в конечном счете повысить качество изделий из композиционных материалов.

Технология предварительного модифицирования наполнителей наиболее актуальна, применительно к области наиболее быстро развивающихся сверхвысокоэффективных малотоннажных и, пока что, дорогостоящих полимерных композиционных материалов (ПКМ). Представляет значительный научный и практический интерес наполнение полиэфирэфиркетонов, полиимидов, полиэфиримидов, полисульфонов, медленно выходящих на рынок полибензимидазолов и прочих полимеров с высоким эксплуатационными характеристиками с целью их дополнительного усиления.

Особое место в процессах модифицирования материалов, в том числе и наполнителей, занимает низкотемпературная неравновесная плазма тлеющего разряда. Данная группа методов характеризуется «безвредностью» для обрабатываемого материала (глубина модифицированного слоя составляет, как правило, десятки либо сотни нанометров), позволяет объединять в одном технологическом процессе циклы очистки, формирования функциональных слоев и др., является экологически чистой технологией.

Авторами [12] предложена технология плазменного модифицирования углеродных ПАН-волокон с целью усиления межфазного взаимодействия с СВМПЭ-матрицей. Практически, с помощью электронной микроскопии, ИК-спектроскопии показано, что плазменная обработка приводит к увеличению концентрации кислородсодержащих (в т.ч. гидроксильных) групп, повышению шероховатости волокна и, как следствие улучшение смачиваемости волокон расплавом полимера, что приводит к увеличению прочности на межслойный сдвиг.

Анализируются [13, 14] закономерности плазменного модифицирования углеродных волокон (УВ) на основе ПАН, предназначенные для наполнения полиэфиримида. Данные атомно-силовой микроскопии показывают, что увеличение времени плазменной обработки приводит к увеличению среднеквадратичной шероховатости волокон, концентраций С-О, О-С=О групп и в целом повышению отношения О/С, при этом данные рамановской спектроскопии свидетельствуют об отсутствии структурных изменений в УВ. Так, даже при незначительных (порядка 2-х минут) временах обработки, достигается увеличение прочности КМ на межслойный сдвиг.

Отдельно стоит отметить опыт научно-практических работ в области модифицирования ПКМ на основе ценных антифрикционных материалов - фторполимеров, которые, являясь абсолютно инертными с химической точки зрения, среди недостатков имеют малую поверхностную энергию, высокую вязкость расплава и плохую адгезию к практически всем веществам.

Коллективами авторов предлагались различные способы модифицирования наполнителей для ПТФЭ: плазменной прививке функциональных азотсодержащих групп [15], опудривании полимер-олигомерными продуктами термогазодинамического синтеза ПТФЭ [16, 17], растворами фторсодержащих олигомеров [10]. Наиболее прогрессивным как по показателям производительности и экологичности, так и по качеству конечных КМ является способ формирования на поверхности наполнителя тонких тефлоноподобных функциональных слоев из активной газовой фазы тлеющего разряда октафторциклобутана [18...19] (таблица 1). В совершенствование технологии авторами [20] предложен способ модифицирования углеволоконистого наполнителя включающий в себя стадию очистки в остаточном воздухе (ОВ) или кислороде, что приводит к удалению загрязнений с поверхности и формированию кислородсодержащих функциональных групп.

Предложенные технологические решения используются в настоящее время в ИММС НАН Беларуси и являются основой для создания углеродной ленты со фторполимерным покрытием «Белум», используемой в производстве антифрикционных материалов семейства «Суперфлувис», которые отличаются повышенными физико-механическими (плотность, прочность, твердость, теплопроводность, влагопоглощение и др.) и триботехническими (коэффициент трения, интенсивность изнашивания, PV-фактор) характеристиками [1...3, 21...24].

Таблица 1. Физико-механические характеристики композиционных материалов на основе углеволокон и ПТФЭ.

Вид наполнителя	Источник	Плотность, кг/м ³	Прочность на разрыв, МПа
Необработанное УВ	[18]	1924	9,0
УВ, обработанное в плазме ОФЦБ	[18]	1973	28,5
УВ, последовательно обработанное в плазме ОВ и ОФЦБ	[20]	2030	32,5

В рамках данного направления заслуживает внимания работа [25] по введению во фторопластовую матрицу полиоксадиазольных волокон (торговое название «Арселон»), модифицированных из активной газовой фазы ТФЭ плазмой емкостного разряда высокой частоты. Подчеркивается, что указанная обработка обеспечивает повышение плотности композиционного материала, повышает термостойкость, механическую прочность и улучшает его трибологические свойства. Предел прочности при растяжении композиции с 10%-ным содержанием наполнителя увеличивается более чем на 20%, а относительное удлинение при разрыве - на ≈50% по сравнению с материалом, наполненным исходными волокнами. На основании результатов ИК-спектроскопии, ДМА и СЭМ сделан вывод, о том, что обработка наполнителя приводит к образованию фторорганического покрытия с

хорошей смачиваемостью материалом матрицы, что повышает адгезию между матрицей и волокнами, уменьшает содержание пустот. Это создает условия для более эффективной передачи напряжений между компонентами.

Среди основных направлений работ по усовершенствованию технологии плазмохимической обработки наполнителей для полимерных материалов выделяют следующие:

1. Поиск и апробация новых газов и их смесей, обеспечивающих более эффективное протекание химических реакций в плазме;
2. Введение предварительных стадий очистки (остаточным воздухом, аргоном, азотом, кислородом и др.);
3. Поиск работы по обработке в так называемой «области переходных процессов» (при одновременном протекании процессов травления и формирования функциональных слоев) [26];
4. Поиск способов экспресс-контроля качества модифицированных наполнителей.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Граковичу П.Н., Шелестовой В.А. и Макаренко В.М. за содействие в проведении исследований. Работа выполнена в рамках задания 4.2.2 ГПНИ «Материаловедение, новые материалы и технологии».

Литература

- [1] Шелестова В А 2010 *Материалы, технологии, инструменты*. 15 3 39-51.
- [2] Шелестова В А Конструкционные материалы триботехнического назначения на основе политетрафторэтилена и модифицированных углеволокон // Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Гомель, ИММС НАН Беларуси— 2002. — 150 с.
- [3] Шелестова В А, Гракович П Н 1999 *Материалы. Технологии. Инструменты*. 4 70—74.
- [4] Бухаров С Н, Анисович А Г, Филатова И И, Ахметов Т А, Сергиенко В П, Григорьев А Я 2021 *Трение и износ* 42 3 225–234.
- [5] Мясин С В, Сычев М М., Шейко Н Б, Еженкова Л Л, Родионов А Г, Коробко В Н, Васильева И. В. 2015 *Condensed Matter and Interphases*. 17 4, 470-478.
- [6] Петрова П Н и др. 2011 *Политематический сетевой электронный научный журнал Кубанского государственного аграрного университета* – 70 92-101.
- [7] Петрова П Н. и др. 2015 *Физика и химия обработки материалов* 3 57-63.
- [8] Сергиенко В П, Бухаров С Н, Анисович А Г, Абед Н С, Григорьев А Я 2021 *Трение и износ* 42 6 619–628.
- [9] Панин С В и др. 2015 *Трение и износ*. 36 3 325-333.
- [10] В А Струк, Г А Костюкович, В И Кравченко, Е В Овчинников, Г Н Горбачевич «Состав для получения композиционного герметизирующего материала». Патент Российской Федерации, № 2269550. Заявка 2004104434/04, от 17.02.2004.
- [11] Губанов А. А. Разработка процесса электрохимической модификации поверхности углеродного волокна с целью увеличения прочности углепластиков : Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. – Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, 2015 — 148 с.
- [12] Fu Y F et al. 2012 *Polymer-Plastics Technology and Engineering*. В. 51 3. –р. 273-276.
- [13] Santos A L. et al. 2013 *IEEE Transactions on Plasma Science* В 41 3. р. 319-324.
- [14] Vidal D C S M, Santos A L, Kosov K G, Silva L L G 2018 *J Aerosp Technol Manag*, v. 10: e1818
- [15] Shi Y. et al. 2008 *Wear* T. 264 11-12. р. 934-939.
- [16] Р В Ищенко, С В Авдейчик, А С Прушак, Д А Прушак, В А Струк, М В Ищенко «Способ обработки углеграфитового волокна или ткани». Патент Республики Беларусь, № 17248. Заявка 20110766, от 06.03.2011.

- [17] Ультрадисперсные и наноразмерные порошки: создание, строение, производство и применение / под ред. акад. В. М. Бузника - Томск: Изд-во НТЛ, 2009. - 192 с.
- [18] В. А. Шелестова, П. Н. Гракович «Способ модифицирования углеволокнистого наполнителя для политетрафторэтилена». Патент Республики Беларусь, № 6214. Заявка 19990866, от 09.16.1999.
- [19] Шелестова В. А. 2010 *Материалы, технологии, инструменты*. 15 3 р. 39-51.
- [20] Иванов Л. Ф., Макаренко В. М., П. Н. Гракович, В. А. Шелестова «Способ модифицирования наполнителей в виде углеродной ткани для политетрафторэтилена». Патент Республики Беларусь, № 22089. Заявка 20160225, от 13.06.2016.
- [21] Шелестова В. А., Гракович П. Н., Данченко С. Г., Смирнов В. А. 2006 *Химическое и нефтегазовое машиностроение* 11 39-41.
- [22] Grakovich P. N., Shelestova V. A. 2001 *Plasma Science in China. Mathematics, Physics, Astronomy*. V. 44. p. 292-296.
- [23] Гракович П. Н. 2006 // *Технические газы*. 3 68-71.
- [24] Шелестова В. А., Юркевич О. Р., Гракович П. Н. 2002 *Высокомолекулярное соединение*. 44 4. 697-702.
- [25] Aderikha V. N., Shapovalov V. A. 2011 *Wear*. 271 5-6 p. 970-976.
- [26] Щур П. А. Исследование и разработка процессов модификации поверхности полимерных материалов с использованием двухкомпонентных фторосодержащих газовых смесей при пониженном давлении: Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. – Московский авиационный институт, 2022 — 166 с.
- [27] Ясуда Х. Полимеризация в плазме.- М.: Мир, 1988. – 376 с.

Исследования по получению сварных металлокерамических соединений методом диффузионной сварки

М С Клокова, Г В Рогожин

ФГУП ВНИИА им. Н.Л. Духова, г. Москва, Россия

Аннотация. В работе представлены результаты исследований по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с металлами (коваром, никелем). Определена величина переходного слоя полученных соединений. Проведены исследования по получению сварных соединений с применением покрытий.

Процесс диффузионной сварки применяется при изготовлении электровакуумных приборов (ЭВП), обеспечивая их одновременную термовакуумную обработку и герметизацию деталей из керамики ВК94-1 и алюминиевого сплава АМц или других материалов с применением прокладок из сплава АМц.

Изучение влияния температурно-временных характеристик на образование переходного слоя является актуальной задачей, позволяющей определить оптимальные режимы сварки. Проведение исследований по получению сварных соединений с применением покрытий позволит сохранить точность геометрии конструкций, а также расширить спектр материалов, применяемых в электровакуумных приборах.

Целью работы является проведение исследований по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с металлами (коваром, никелем) с применением прокладок и покрытий методом диффузионной сварки в вакууме.

При проведении исследований учитывались особенности диффузионной сварки разнородных материалов. При сварке разнородных материалов в результате взаимодиффузии появляются интерметаллические фазы [1]. При взаимодействии алюминия со сплавами, содержащими железо, образуется ряд интерметаллидов $FeAl_3$, Fe_2Al_2 , Fe_2Al_5 , $FeAl_2$, $FeAl$, Fe_3Al , которые обуславливают хрупкость соединения. Прочное соединение алюминия и его сплавов со сталями достигается применением промежуточных прослоек. Эти прослойки можно наносить на стальные детали гальваническим или химическим способом, напылением в вакууме, а также применять в виде фольги [2].

В настоящей работе проводились исследования по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с металлами (коваром, никелем) методом диффузионной сварки с применением промежуточных прослоев, выполненных из сплава АМц в виде деталей (прокладок) или покрытий.

Для проведения экспериментальных исследований по получению вакуумно-плотных соединений (керамика ВК94-1-сплав 29НК) с применением прокладок из сплава АМц применялись два типа режимов сварки. Первый тип режимов предполагает сварку при относительно высоких температурах (выше 500 °С), когда диффузионные процессы имеют высокую скорость. Это положительно влияет на удаление поверхностных оксидных и адсорбированных плёнок из зоны контакта и отрицательно влияет на свойства соединения в случае образования промежуточной прослойки интерметаллических соединений. Для данной группы режимов необходимо строго контролировать время нахождения при температуре выше 500 °С. Второй тип режимов предполагает сварку при относительно низких температурах (предположительно ниже 350°С), когда диффузионные процессы имеют достаточно низкую скорость и ими можно пренебречь, даже при условии длительной (более 1 часа) выдержки.

Предполагается, что решающую роль в образовании соединения будет играть степень деформации. Для получения вакуумно-плотных соединений с применением прокладок из сплава Амц применялись параметры сварки в соответствии с ранее полученной зависимостью давления от температуры сварки керамики ВК94-1 со сплавом Амц [3]. Диффузионная сварка по первому типу режимов (выше 500 °С) проводилась в диапазоне температур (500-600) °С. При этом время сварки являлось одинаковым и составило 15 минут.

При температуре (300±10) °С, усилие сварки 6000 Н, времени выдержки 15 мин получены вакуумно-плотные соединения. При проведении металлографического анализа полученных сварных соединений в области высоких температур (500-600) °С, исследовалась ширина переходного слоя, образующегося между сплавами Амц и 29НК. На рисунке 1 представлены фотографии шлифов полученных соединений.

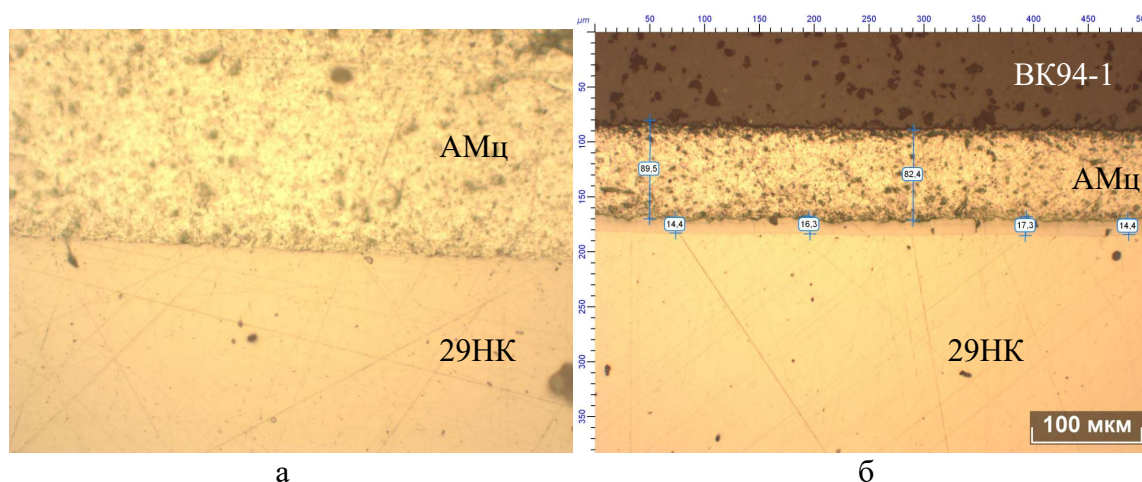


Рисунок 1. Фотографии шлифа металлокерамических соединений, полученных при температурах: (500±10) °С (а); (600±10) °С (б).

Как видно из рисунка 1 при температуре сварки (500±10) °С, переходная зона, интерметаллиды, исследованные методом металлографического анализа при увеличении 500 крат, не обнаружены, при температуре сварки (600±10) °С переходная зона составляет ~15 мкм.

Исследования по получению вакуумно-плотных соединений керамики ВК94-1 с никелем проводились с применением прокладок из сплава Амц. Исходя из литературных данных, между алюминием и никелем возможно образование интерметаллидных фаз, оказывающих влияние на механическую прочность и вакуумную плотность. Эти факторы учитывались при разработке режимов диффузионной сварки. Исследования проводились в диапазоне температур (400-550)°С и времени выдержки при заданной температуре 15 мин. Усилие сварки также определялось исходя из критериев свариваемости, полученных для обеспечения вакуумно-плотных соединений керамики ВК94-1 со сплавом Амц [3]. Металлографические исследования сварных соединений сплава Амц с никелем показали, что при температуре сварки (450±10) °С переходный слой между сплавом Амц и никелем, видимый в оптический микроскоп при увеличении 500 крат, не обнаруживается, а при температуре сварки (550±10) °С переходный слой достигает ~2-3 мкм. При этом время сварки являлось одинаковым и составило 15 минут.

Далее проводились исследования по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с металлами (никелем, коваром) с применением покрытий.

Покрытия были получены методом ионно-плазменного осаждения при помощи сбалансированного магнетрона постоянного тока с предварительной ионной очисткой и активацией поверхности. Этот метод позволяет производить металлизацию как металлических, так и керамических деталей, и сохраняет поверхности свариваемых деталей без привнесения

дополнительных загрязнений. Геометрия покрытий под сварные соединения обеспечивалась масками и оснасткой.

С целью исключения появления возможных интерметаллидов, образующихся между сплавами АМц и 29НК, на поверхности детали из сплава 29НК было сформировано двухслойное покрытие, состоящее из сплава ВТ1-0 толщиной 2-3 мкм и сплава АМц толщиной ~20 мкм. Для проведения исследований по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с никелем на поверхности, подлежащей диффузионной сварке были сформированы покрытия из сплава АМц толщиной ~20 мкм. На рисунке 2 представлены фотографии фрагмента металлокерамических соединений, полученных методом диффузионной сварки с применением прокладок из сплава АМц и покрытий из сплава ВТ1-0 и АМц.

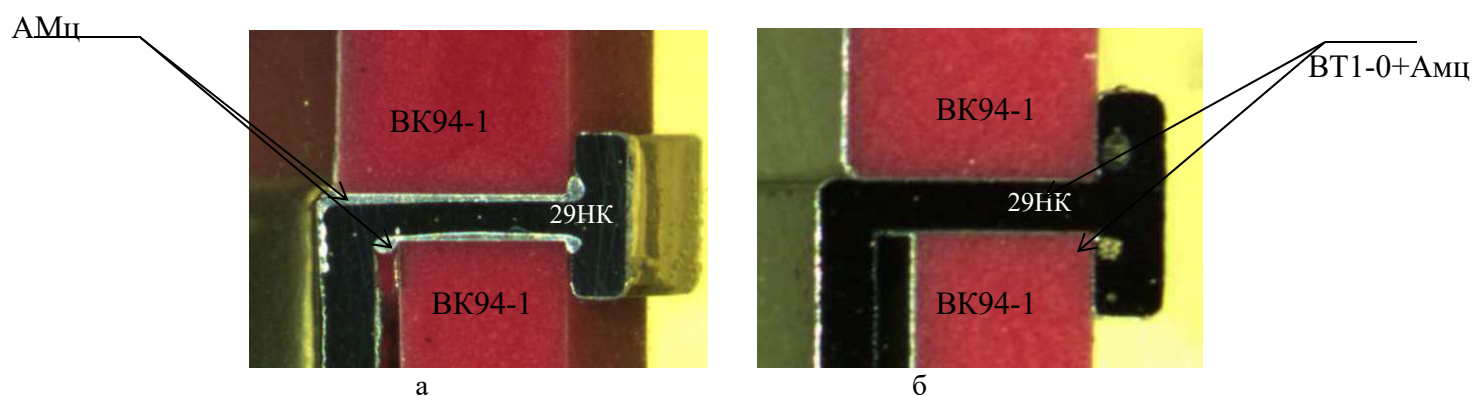


Рисунок 2. Металлокерамические соединения керамики ВК94-1-29НК: с применением прокладок из сплава АМц (а) и с применением покрытий из сплавов ВТ1-0+Амц (б).

Как видно из рисунка 2 применение покрытий позволяет сохранить точность геометрии конструкций.

Проведенные исследования позволили получить соединения керамики ВК94-1 со сплавом 29НК, никелем с применением покрытий из сплава АМц методом диффузионной сварки в вакууме.

Показано, что слой титана толщиной 2-3 мкм, нанесенный на поверхность деталей из материала 29НК, препятствует образованию интерметаллидов, образующихся между сплавами 29НК и АМц в области высоких температур ~ (500-600) °С.

Выводы

Авторами работы проведены исследования по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с металлами (никелем, коваром) с применением прокладок и покрытий из сплава АМц.

Проведенные исследования по разработке технологии диффузионной сварки керамики ВК94-1 с коваром и сплавом АМц (прокладка) в диапазоне температур (500-600) °С, позволяют получать вакуумно-плотные соединения с уровнем натекания не более $5 \cdot 10^{-11}$ м³·Па. Показано, что при температуре сварки (500±10) °С, переходная зона, интерметаллиды, исследованные методом металлографического анализа при увеличении 500 крат, не обнаружены.

Металлографические исследования сварных соединений сплава АМц с никелем показали, что при температуре сварки (450±10) °С переходный слой между сплавом АМц и никелем, видимый в оптический микроскоп при увеличении 500 крат, не обнаруживается, а при температуре сварки (550±10) °С переходный слой достигает ~2-3 мкм. При этом время сварки являлось одинаковым и составило 15 минут.

Проведены исследования по получению сварных соединений керамики ВК94-1 с никелем и коваром с применением покрытий из сплава АМц.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке новых перспективных конструкций ЭВП.

Список литературы

- [1] Диффузионная сварка в вакууме /Н. Ф. Казаков//М.: Машиностроение, 1991 г.
- [2] Диффузионная сварка материалов, справочник /В. П. Антонов, В. А. Бачин, Г. В. Загорин и др. // М.: изд. Машиностроение, 1981.
- [3] Исследования по получению сварных соединений методом диффузионной сварки в вакууме/ М.С. Клокова, И.А. Иванов//Вакуумная техника и технологии, Т.25, 2018.

Изготовление лазерных зеркал с радиально зависимым коэффициентом отражения

В Н Горнов, А И Арефьев, Ю Ю Смирнов, А П Котов, Р А Бызов
ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина», 456770, Снежинск,
Россия

E-mail: dep5@vniitf.ru

Аннотация. Рассмотрены некоторые технологические аспекты изготовления лазерных зеркал с радиально зависимым коэффициентом отражения. Показан алгоритм выбора конструкции покрытия и оптимальной геометрии нанесения градиентного слоя покрытия с требуемым профилем коэффициента отражения. Изготовлены зеркала с заданным показателем степени супергауссовой функции распределения коэффициента отражения.

1. Введение

Одним из способов улучшения пространственных характеристик лазерного излучения неустойчивых резонаторов является использование в оптической схеме лазерного источника выходного зеркала с переменным радиальным распределением коэффициента отражения. Наличие плавной радиальной зависимости и вариативность параметров (коэффициента отражения в центре, радиуса и показателя степени) профиля отражательной способности такого зеркала позволяют обеспечить требуемые радиальные распределения интенсивности выходного излучения в ближней зоне и высокую яркость излучения в дальней зоне.

Лазерные зеркала с радиально зависимым коэффициентом отражения отличаются от обыкновенных лазерных зеркал в одном аспекте: по крайней мере, один из осажденных диэлектрических слоев покрытия обладает радиально изменяющейся толщиной. Это достигается управляемым затенением подложки во время осаждения пленки [1].

Зеркала с радиально зависимым коэффициентом отражения часто состоят из двух функциональных частей [1]. Первая – просветляющее покрытие, нанесенное на всю апертуру подложки. Вторая часть – это градиентное (переменное по толщине) покрытие, которое наносится на часть апертуры подложки с использованием маски (диафрагмы). Профиль коэффициента отражения такого покрытия зависит от следующих параметров:

- размера и формы диафрагмы;
- взаимного расположения элементов системы испаритель - диафрагма - подложка;
- размеров и формы испарителя;
- конструкции просветляющего покрытия и толщины градиентного слоя.

Исходя из этого, для изготовления градиентных покрытий с радиально зависимым коэффициентом отражения необходима специальная оснастка, которая позволяет проводить нанесение покрытий с управляемым затенением части детали. Данная оснастка должна содержать элементы, позволяющие изменять профиль получаемого градиента толщины слоя (слоев) покрытия.

2. Технологическая оснастка и схема нанесения градиентного слоя

Для освоения технологии нанесения на поверхность оптических элементов диэлектрических покрытий с радиальной переменной толщиной была разработана и изготовлена технологическая оснастка (рисунок 1). Для управления профилем получаемого градиента толщины слоя (слоев) покрытия служат: три вставки (поз. 6 на рисунке 1), от высоты которых зависит расстояние h между диафрагмой (поз. 3) и подложкой (поз. 5); D – диаметр диафрагмы (поз. 3).



Рисунок 1. Технологическая оснастка для нанесения диэлектрических покрытий переменной толщины: 1 – фланец, 2 – оправа, 3 – диафрагма с отверстием диаметром D , 4 – фланец, 5 – подложка, 6 – вставка, управляющая расстоянием h .

Данная оснастка предназначена для размещения на планетарном механизме вращения держателя подложек установки ВУ-2М, оснащенной двумя электронно-лучевыми испарителями (ЭЛИ). На рисунке 2 показана схема размещения оснастки в вакуумной камере установки. На профиль получаемого градиента толщины слоя покрытия существенное влияние будут оказывать диаметр таблетки d пленкообразующего материала (ПОМ) и угол наклона приемной поверхности подложки α .

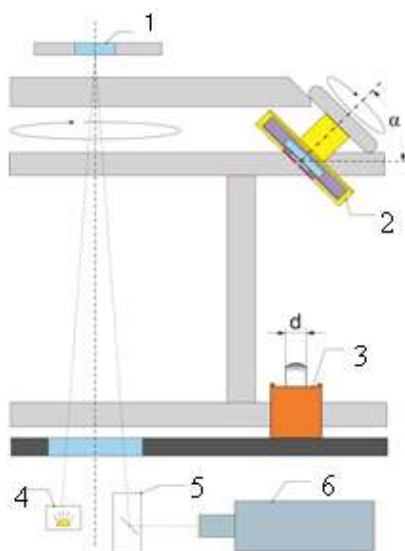


Рисунок 2. Схема размещения оснастки в вакуумной камере установки ВУ-2М: 1- тестовый образец; 2 – оснастка, установленная на планетарном механизме вращения; 3 – тигель ЭЛИ с таблеткой ПОМ диаметром d ; 4 – осветитель; 5 – система зеркал осветителя; 6 – акустооптический спектрофотометр AOS-3S.

3. Выбор конструкции покрытия

В качестве целевой функции радиального распределения отражающей способности рабочей поверхности градиентного зеркала, которой должны были соответствовать изготовленные образцы, являлась зависимость следующего вида:

$$R(r) = 0,24 \cdot e^{-2 \cdot \left(\frac{r}{3,55}\right)^4}, \quad (1)$$

где r – радиальная координата.

График зависимости требуемого коэффициента отражения лазерного излучения с длиной волны $\lambda=1064$ нм от радиальной координаты представлен на рисунке 3(а).

Рассмотрим градиентное зеркало, состоящее из двух функциональных частей:

1- двухслойное просветляющее покрытие, нанесенное на всю апертуру подложки из стекла К8;

2- переменный по толщине слой диоксида циркония, который наносится на часть апертуры подложки с использованием оснастки.

В качестве просветляющего покрытия использовалась стандартная конструкция [2], толщины слоев которой были оптимизированы с помощью программы OptiLayer. Оптимизацию проводили с учетом коэффициентов преломления материалов слоев покрытия, рассчитанных с помощью модуля OptiChar программы OptiLayer. В расчетах использовались данные

коэффициентов отражения монослоев SiO_2 и HfO_2 , нанесенные на поверхность подложек из стекла К8 на установке ОАС-75 и измеренные с помощью спектрофотометра Cary 5000. Алгоритм расчетов показан в работе [3]. Оптимизированная конструкция просветляющего покрытия выглядит следующим образом:

$$G + 1,58H + 0,74L, \quad (2)$$

где G – подложка из К8 с коэффициентом преломления $n=1,51$ на длине волны 1064 нм; H – четвертьволновый слой оксида гафния с $n(\text{HfO}_2)=2,0$; L – четвертьволновый слой кварца с $n(\text{SiO}_2)=1,46$; числовой коэффициент перед L означает оптическую толщину данного слоя, выраженную в долях четвертьволнового слоя для длины волны 1064 нм.

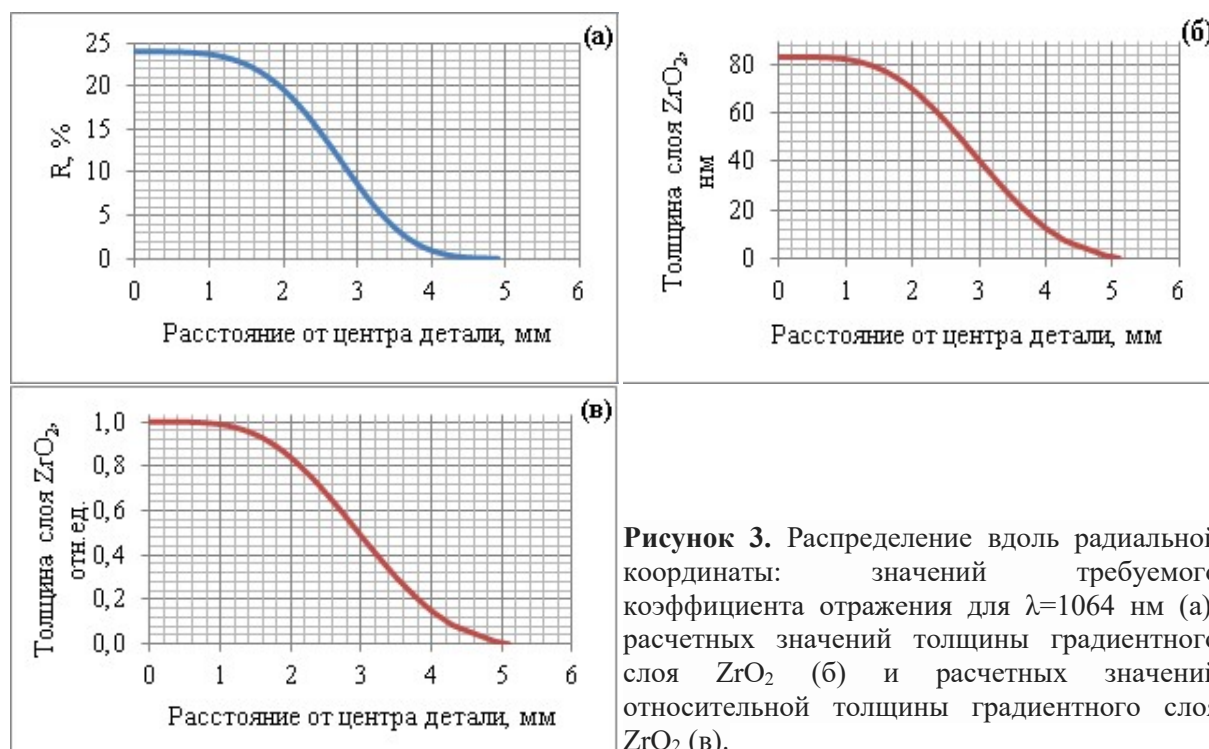


Рисунок 3. Распределение вдоль радиальной координаты: значений требуемого коэффициента отражения для $\lambda=1064$ нм (а); расчетных значений толщины градиентного слоя ZrO_2 (б) и расчетных значений относительной толщины градиентного слоя ZrO_2 (в).

Исходя из профиля требуемого коэффициента отражения, с помощью программы OptiLayer были найдены толщины градиентного слоя ZrO_2 в нескольких точках этого профиля. В расчетах использовались данные коэффициентов отражения монослоя ZrO_2 , нанесенные на поверхность подложки из стекла КУ на установке ВУ-2М и измеренные с помощью спектрофотометра Cary 5000. На рисунке 3 показаны зависимости от радиальной координаты требуемых значений толщины слоя ZrO_2 (б), а также относительной толщины этого слоя (в).

Таким образом, необходимо подобрать такую геометрию нанесения градиентного слоя, которая способна обеспечить распределение толщины слоя по подложке, соответствующее рисункам 3б и 3в.

4. Поиск оптимальной геометрии нанесения градиентного слоя

Для поиска оптимальной геометрии нанесения градиентного слоя, необходимой для получения требуемого распределения толщины слоя по поверхности подложки, на установке ВУ-2М были выполнены 2 процесса нанесения монослоя оксида циркония на подложку из стекла К8. Значения изменяемых параметров оснастки представлены в таблице 1.

Таблица 1. Значения изменяемых параметров оснастки.

№ образца	D , мм	h , мм	d , мм	α , градус
1	6	7,7	12	45
2	6	2,2	12	45

Измерение радиального распределения коэффициента отражения полученных образцов выполняли на стенде с использованием лазера LCS-T-12 (длина волны непрерывного излучения – 1064 нм, размер пучка зондирующего излучения в области поверхности подложки ≈ 140 мкм, точность установки образца – 0,01 мм). По результатам измерений с помощью программы OptiLayer было найдено радиальное распределение толщин полученных слоев для образцов №1 и №2 (рисунок 4). Здесь же показано требуемое распределение.

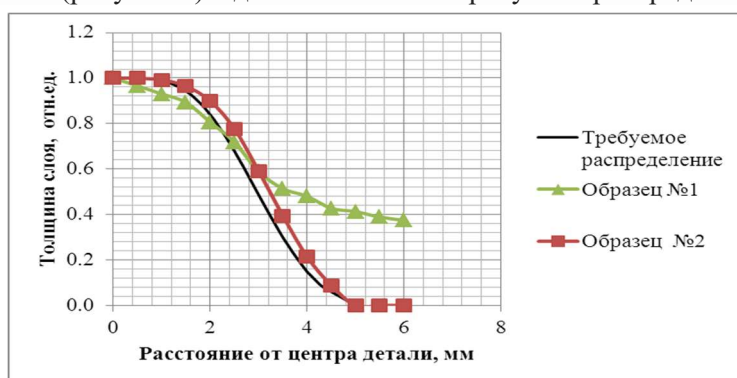


Рисунок 4. Распределение толщины слоя ZrO_2 вдоль радиальной координаты.

Как видно из рисунка 4, кривая распределения толщины слоя для образца №2 практически совпадает с требуемым распределением, имея чуть более широкий профиль. Поэтому, для дальнейших экспериментов вместо маски с диаметром отверстия $D=6$ мм, использовалась диафрагма $\varnothing 5$ мм, установленная на расстоянии 2,2 мм от детали.

5. Изготовление градиентного покрытия

Прозветляющие покрытия, конструкция которых соответствует формуле 2, были изготовлены методом электронно-лучевого испарения с ионным ассистированием на установке ОАС-75. Покрытия наносились на обе стороны деталей из стекла К8 диаметром 25,4 мм.

Градиентный слой наносился на установке ВУ-2М методом электронно-лучевого испарения. Контроль толщины слоев в процессе нанесения покрытий выполняли с помощью акустооптического спектрофотометра АОС-3S. Таким образом, было изготовлено три образца градиентных зеркал. На рисунке 5 показано радиальное распределение коэффициента отражения зеркала №3. Для сравнения на этом рисунке приведена характеристика одного из зеркал, изготовленных чешской компанией Crytur, а также целевые значения распределения коэффициента отражения.

В программном пакете Qtiplot на основе алгоритма Нелдера – Мида была проведена аппроксимация данных измерения профиля коэффициента отражения изготовленных зеркал и десяти образцов компании Crytur, а также проведена оценка их соответствия функции вида (таблица 3):

$$R(r) = R_{\max} \cdot e^{-2\left(\frac{r}{w}\right)^n} \quad (3)$$

Коэффициент достоверности аппроксимации (детерминации) рассчитывался как [4]:

$$r^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}, \quad (4)$$

где y_i – фактическое значение переменной, \hat{y}_i – переменная аппроксимационной кривой регрессии, \bar{y} – среднее арифметическое значение переменных, n – количество переменных.

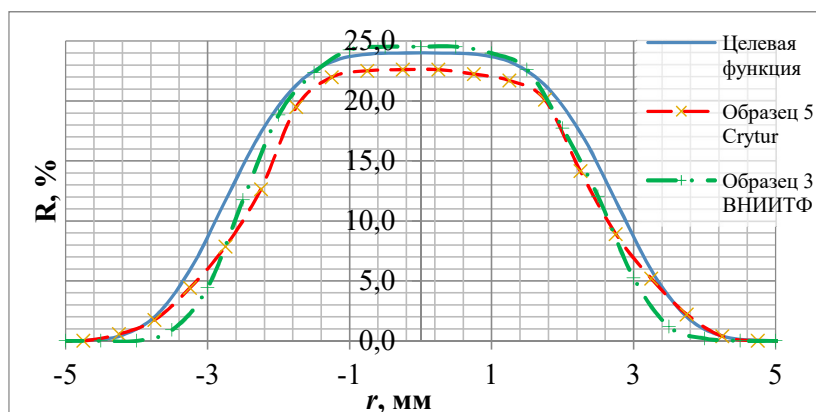


Рисунок 5. Радиальное распределение коэффициента отражения зеркал.

Таблица 3. Сравнительные характеристики градиентных зеркал.

Производитель	$R_{\max}, \%$	$w, \text{ мм}$	n	r^2
Требуемые значения	24	3,55	4	
Crytur	$(21,5 \div 23,1) \pm 1,3$	$(3,39 \div 3,50) \pm 0,05$	$(3,52 \div 3,73) \pm 0,19$	$\geq 0,996$
ВНИИТФ	$(24,5 \div 26,5) \pm 1,3$	$(3,14 \div 3,43) \pm 0,03$	$(4,08 \div 4,47) \pm 0,12$	$\geq 0,998$

Как видно из рисунка 5 и таблицы 3, идеального совпадения с требуемыми параметрами нет ни у одного из производителей. При этом максимальные отклонения основных параметров исследованных образцов градиентных зеркал от целевых значений не превышают 12%.

6. Выводы

В результате освоения технологии изготовления лазерных зеркал с радиально зависимым коэффициентом отражения были решены следующие задачи:

- разработана и изготовлена технологическая оснастка, имеющая в своем составе элементы для управления профилем получаемого градиента толщины слоя (слоев) покрытия;
- собран стенд для определения основных параметров градиентных зеркал;
- исходя из профиля требуемого коэффициента отражения, выбрана конструкция покрытия и рассчитан профиль толщины градиентного слоя;
- экспериментально определены значения изменяемых параметров оснастки для получения требуемого профиля толщины градиентного слоя;

Разработанная технология позволяет изготавливать градиентные покрытия с заданным профилем коэффициента отражения. Изготовленные образцы зеркал с заданным профилем радиального распределения отражающей способности по своим параметрам не уступают зеркалам чешской фирмы Crytur.

Список литературы

- [1] Bostanjoglo G, Hodgson N, Weber H 1994 Design of variable reflectivity mirrors and unstable resonators for Nd:YAG lasers with high average power. *Pure Appl. Opt.* 3 497-506.
- [2] Суйковская Н В, Широкина З Б и др. 2004 *Справочник технолога-оптика* под ред. М А Окатова (Санкт-Петербург: Политехника) с. 496.
- [3] Горнов В Н 2019 Технологии оптических покрытий ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина». *Труды 14-й международной конференции «Пленки и покрытия -2019»*. 516-9.
- [4] Е В Рябева 2019 *Статистические методы обработки результатов измерений* (Москва: Буки Веди) 396 с.

Определение термических коэффициентов линейного расширения в покрытиях

А А Лозован, С Я Бецофен, А А Ашмарин, А С Ленковец, А Н Быкадоров, А Л Митрофанов

ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)», 125993, Москва, Россия

E-mail: xartem94@mail.ru

Аннотация. Методом высокотемпературной рентгенографии определяли ТКЛР в покрытиях: $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+t\text{-ZrO}_2$, Yb_2O_3 , $\text{Zr}_2\text{Gd}_2\text{O}_7$. Приведены значения ТКЛР покрытий, которые могут быть использованы для прогнозирования остаточных термических напряжений и при использовании в многослойных композициях.

Термический коэффициент линейного расширения (ТКЛР) является важной характеристикой конструкционных материалов, таких как покрытия, слоистые и многофазные монокристаллические материалы, поскольку несоответствие ТКЛР фаз или компонентов приводит к разрушению изделия при термоциклировании. Кроме того, для материалов с некубической решеткой важной проблемой становится анизотропия ТКЛР, которая может привести к несовместности деформации зерен разных ориентаций даже в однофазных сплавах. Экспериментальное определение ТКЛР методом высокотемпературной рентгеновской съемки имеет значительные преимущества по отношению к дилатометрии, поскольку позволяет измерение ТКЛР различных фаз в многофазных системах [2], а также в тонких поверхностных слоях и покрытиях [1].

Одним из важнейших направлений исследований ТКЛР является графит, используемый в качестве замедлителя или отражателя в ядерных реакторах из-за его низкого сечения поглощения и высокого сечения рассеяния нейтронов по сравнению с другими материалами. Одной из главных проблем применения графита является анизотропия межатомных связей в его кристаллической решетке, приводящая к отрицательным значениям КТР в плоскости базиса и высоким положительным значениям КТР вдоль оси «с». Это обуславливает высокие напряжения на границах кристаллитов при термоциклировании, приводящее к разрушению материала. Применение изотропного изостатически формованного графита позволяет решить эту проблему [3]. В работе [4] показано, что снижение анизотропии КТР можно получить за счет применения нанографитов в виде углеродных наностенок.

В работе [5] при исследовании с помощью синхротронной рентгеновской дифракции ТКЛР диборида титана (TiB_2) вплоть до температуры ~ 3050 °С обнаружено, что при нагреве происходит изменение анизотропии ТКЛР. Если до температуры ~ 2300 °С величина ТКЛР в направлении оси «с» выше, чем вдоль оси «а» гексагональной решетки диборида титана, то при более высоких температурах величина ТКЛР становится выше вдоль оси «а». Значительное внимание привлекают соединения с низким объемным термическим расширением. Как правило это относится к соединениям с высокой анизотропией ТКЛР таким как CrB_2 , для которого величина ТКЛР отрицательна вдоль оси «с» при положительной величине в базисной плоскости [6]. Это приводит к тому, что в интервале температур от 5 до 130 К объемная величина термического расширения составляет $0,4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, что рассматривается как нулевое термическое расширение ($< 1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). В [7] нулевое термическое расширение обнаружили в соединении $\text{Hf}_{0,80}\text{Ta}_{0,20}\text{Fe}_{2,5}$.

В [8] методом высокотемпературной рентгеновской дифракции исследовали влияние температуры в интервале от 25 °С до 1150 °С на фазовое и структурное состояние NiCrAlY покрытия, полученного плазменным распылением. При этом получали информацию о состоянии

не только металлических и интерметаллидных фаз (γ -Ni, γ' -Ni₃Al, β -NiAl и α -Cr), но также об окисления покрытия, в том числе образовании термически стимулированных оксидов (ТГО).

В работе [9] предложен оригинальный подход к повышению вязкости разрушения керамики α -Al₂O₃ за счет формирования слоистого композита с чередующимися бестекстурными и текстурированными слоями, которые характеризовались различными ТКЛР. Повышенную работу разрушения слоистого композита авторы связывают с контролируемым за счет градиента ТКЛР напряженным состоянием, что является перспективным для повышения пластических характеристик керамик.

Применительно к системам охлаждения с высокой эффективностью теплоотвода разработан [10] композит W-Cu, сочетающий высокую теплопроводность Cu и пониженную за счет W величину ТКЛР ($\sim 10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), совместимую с величинами ТКЛР электронных компонентов. Методом высокотемпературного синхротронного излучения [11] от комнатной температуры до 950°C определяли ТКЛР, в том числе анизотропию КТР тетрагональной решетки наночастиц анатаза, легированного Al, In, In+Cr, Ag+Cr. В [12] результаты расчетов КТР из первых принципов показали хорошее согласование с экспериментальными данными для Cu (изотропный случай) и AlN (анизотропный случай).

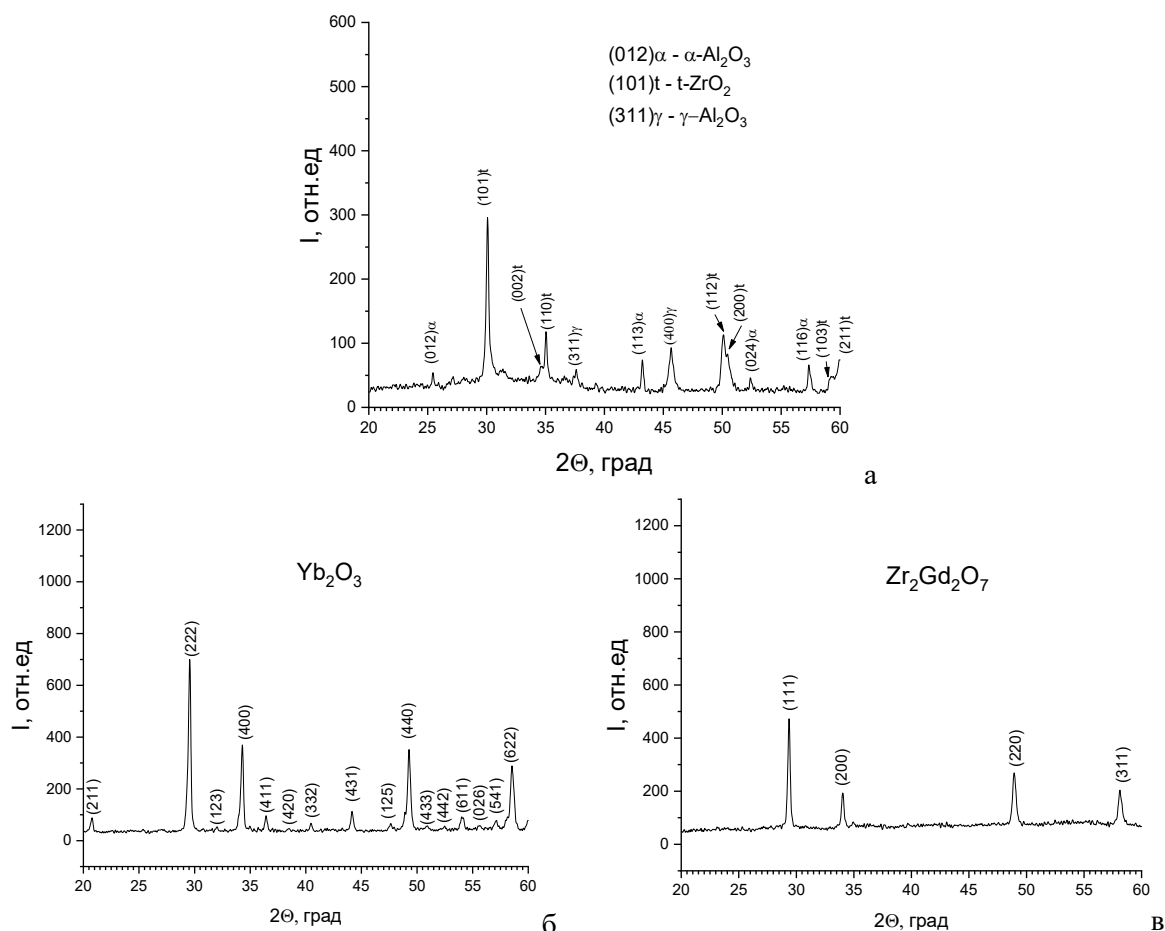


Рисунок 1. Рентгенограммы покрытий: α -Al₂O₃+ γ -Al₂O₃+t-ZrO₂ (а); Yb₂O₃ (б); Zr₂Gd₂O₇ (в).

В настоящей работе методом высокотемпературной рентгенографии определяли ТКЛР в покрытиях: α -Al₂O₃+ γ -Al₂O₃+t-ZrO₂, Yb₂O₃, Zr₂Gd₂O₇.

Съемку дифрактограмм осуществляли на рентгеновском дифрактометре «SHIMADZU XRD-600» с высокотемпературной приставкой HA-1001, в атмосферной среде, в

β -фильтрованном медном излучении в интервале углов $2\Theta=20-60^\circ$. Величины ТКЛР определяли для интервалов температур $t_1 - t_2$ ($\alpha_{t_1-t_2}$) по соотношению:

$$\alpha_{t_1-t_2} = \frac{a_{t_2} - a_{t_1}}{(t_2 - t_1)a_{t_1}}, \quad (1)$$

где a_{t_1}, a_{t_2} - периоды решетки при начальной (t_1) и конечной (t_2) температурах интервала.

Для каждой температуры съемки величина периода решетки для рефлекса (hkl) определяется из соотношения:

$$\alpha_{t_1} = (\lambda/2\sin\theta)\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (2)$$

На рисунке 1 приведены рентгенограммы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+t\text{-ZrO}_2$, Yb_2O_3 и $\text{Zr}_2\text{Gd}_2\text{O}_7$ покрытий (рисунок 1), полученные при комнатной температуре, и на рис.2 зависимости периодов решетки $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, Yb_2O_3 и $\text{Zr}_2\text{Gd}_2\text{O}_7$ покрытий от температуры.

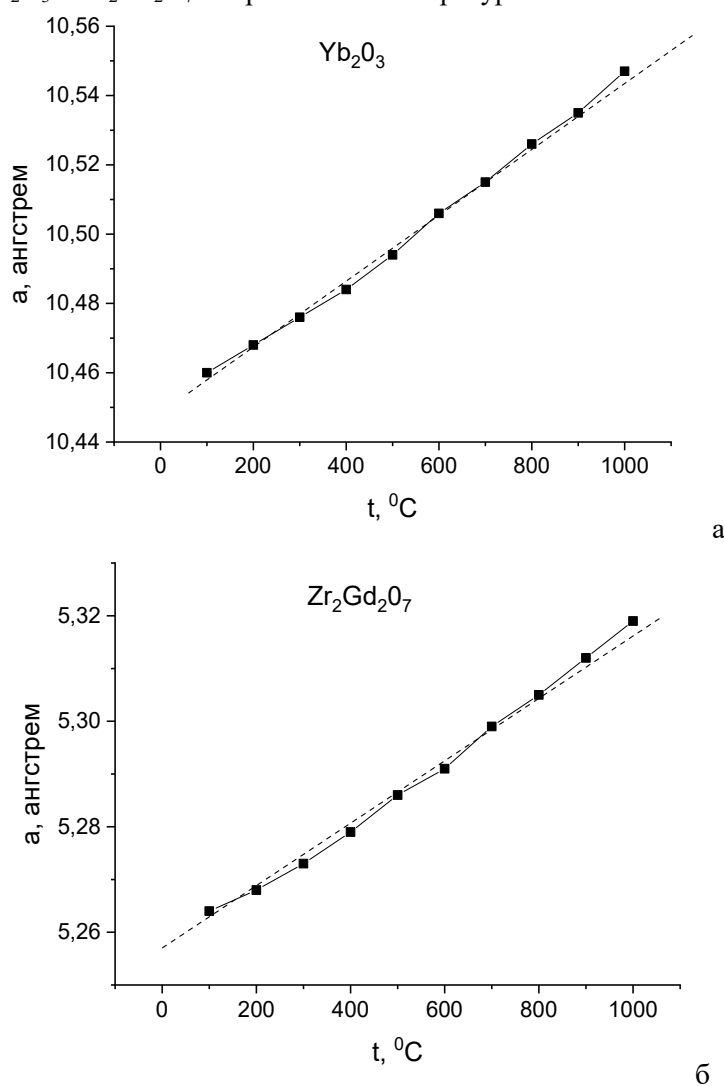


Рисунок 2. Зависимости периодов решетки от температуры для покрытий Yb_2O_3 (а) и $\text{Zr}_2\text{Gd}_2\text{O}_7$ (б).

В таблице 1 приведены значения ТКЛР покрытий, которые могут быть использованы для прогнозирования остаточных термических напряжений в этих покрытиях, в том числе и при их использовании в многослойных композициях. Следует обратить внимание на то, что для трехфазного покрытия удалось определить значения ТКЛР для всех трех фаз, что невозможно

реализовать не только для покрытий, но и для объемных объектов при использовании дилатометра. При этом для двух фаз с тетрагональной ($t\text{-ZrO}_2$) и гексагональной ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) решетками высокотемпературная съемка позволяет определить величины ТКЛР вдоль осей «с» и «а», т.е. определить на поликристаллическом объекте монокристалльные константы, что невозможно реализовать никаким другим методом.

Таблица 1. Величины ТКЛР для различных фаз в покрытиях.

Покрытие	Фаза	ТКЛР	
		а	с
1	ZrO ₂	15,6	9,2
	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	11,7	8,4
	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	11,2	-
2	Yb ₂ O ₃	9,2	-
3	Zr ₂ Gd ₂ O ₇	12,4	-

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-19-00330).

Список литературы

- [1] Saringer C 2019 *Thin Solid Films* **688** 137.
- [2] Chen C L 2010 *Intermetallics* **18** 1750-7.
- [3] Hallama K R 2021 *Carbon Trends* **4** 100071.
- [4] Akikubo K 2020 *Carbon* **169** 307-11.
- [5] Converse E S, Thorpe F, Rivera J, Charalambous H, King G, Cahill J T, Du Frane W L, Kuntz J D, McCormack S J 2023 *Journal of the European Ceramic Society* **43** 3005-12.
- [6] Yong X, Xin C, Yili C, Kun L, Qiang L, Jinxia D, Jun M, Xianran X 2023 *Chinese Journal of Structural Chemistry* **1** 10009.
- [7] Cen D, Wang B, Chu R, Gong Y, Xu G, Chen F, Xu F 2020 *Scripta Materialia* **186** 331-5.
- [8] Abhijith V, Santhy K, Sivakumar G, Rajasekaran B 2023 *Surface and Coatings Technology* **452** 129-32.
- [9] Schlacher J, Chlup Z, Hofer A, Bermejo R 2023 *Journal of the European Ceramic Society* **43** 2917-27.
- [10] Chen H, Zheng F, Cheng W, Tao P, Song C, Shang W, Fu B, Deng T 2021 *Materials & Design* **208** 109897.
- [11] Albetran H M 2020 *Carbon Trends* **6** 04501.
- [12] Pikea N A, Løvrika O M 2019 *Computational Materials Science* **167** 257-63.

Влияние скорости вращения подложки и порядка нанесения слоев на характеристики многослойных покрытий TiN/Cu/InSn

А А Лозован, С Я Бецофен, С В Савушкина, МА Ляховецкий, Е П Кубатина

ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)», 125993, Москва, Россия

E-mail: loz-plasma@yandex.ru

Аннотация. Представлены результаты исследований по влиянию скорости вращения подложки и порядка нанесения слоев магнетронным напылением на структуру и микротвердость многослойных покрытий TiN/Cu/InSn. Определены условия указанного влияния в многослойных композициях.

В настоящее время интерес вызывает использование в составе твердых смазочных покрытий совместно с твердой матрицей пластичных металлов, таких как свинец, индий, медь, серебро [1-2, 6], способные работать в качестве самосмазывающихся материалов. Нитрид титана обладает невысоким коэффициентом трения, однако эффективно может использоваться в качестве твердой матрицы. Повышение трибологических характеристик покрытий TiN получено при добавлении Ag в работах [1-2], Cu в [3], In в [4]. В работах [5-7] была доказана эффективность снижения коэффициента трения TiN покрытий внедрением свинца в твердую матрицу.

Для формирования твердых смазочных покрытий широко используются различные ионно-плазменные методы нанесения, которые позволяют эффективно управлять свойствами и структурой. Наиболее широко для этих целей используются вакуумно-дуговое и магнетронное напыление.

В данной работе исследовали влияние скорости вращения подложки и порядка нанесения слоев магнетронным напылением на структуру и микротвердость многослойных покрытий TiN/Cu/InSn.

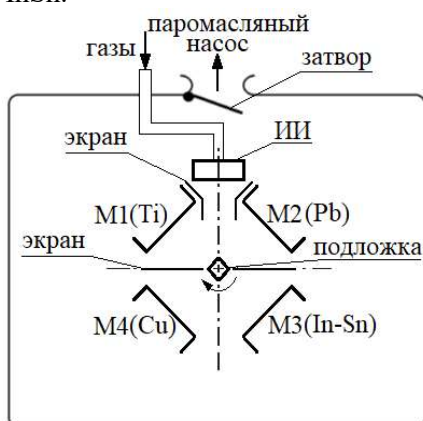


Рисунок 1. Схема камеры установки время нанесения покрытия составляло 60 минут.

Схема рабочей камеры установки УВМ-700-4М магнетронного напыления на вращающихся плоских образцах многослойных покрытий приведена на рисунке 1. Установка оснащена 4-мя прямоугольными магнетронами и протяженным ионным источником. Протяженные планарные магнетроны с размером мишеней 273×112×10 мм были вертикально установлены в камере на

равных расстояниях от подложки. Для реакционного магнетронного напыления многослойных покрытий использовали 4 отдельных катода (титана марки ВТ1-0, меди чистотой 99,9%, свинца 99,5% и In-Sn (80% In-20% Sn). Для формирования слоистой структуры покрытия с резкой границей раздела слоев зоны напыления Ti и Cu отделили друг от друга с помощью экрана, расположенного по центру камеры и предотвращающего перенос расплывшихся атомов с одного катода на другой, а также совместное осаждение меди и титана на подложки. По центру камеры в вырезе экрана подвешен держатель подложек в виде бруска квадратного сечения 20 x 20 мм и длиной 70 мм с регулируемой скоростью вращения, на сторонах которого крепили образцы. Дистанция мишень-подложка $d = 120$ мм, а мишень-ионный источник $d_1 = 160$ мм. В качестве подложек использовали образцы из стали AISI 304 (08X18H10) и ситалла размером 20x20x1,5 мм. Перед напылением образцы очищали в ультразвуковой ванне в бензине в течение 10 мин, затем устанавливали в камере и проводили ее откачку до давления $P=8,7 \cdot 10^{-4}$ Па. Образцы очищали с помощью ионного источника в течение 20 минут с вращением при $P=1,2 \cdot 10^{-1}$ Па при расходе $Q_{Ar}=7,2$ см³/мин.

Затем ионный источник отключали и проводили напыление подслоя Ti в течение 5 минут, подслоя TiN в течение 5 мин и основного слоя покрытия TiN/Cu/InSn в течение 50 минут при токе на Ti катоде 3,5 А, а меди 1 А (для распыления Ti и Cu использовали стабилизацию по току, для InSn - стабилизацию по напряжению) для всех 16-ти образцов. Магнетрон со свинцовой мишенью был отключен.

Напыление InSn проводили в среднечастотном режиме при 50 кГц и коэффициенте заполнения $T = 80\%$ при токе 0,1 А. Напыление проводили при различной скорости и направлении вращения подложки. Общее изменение направления вращения подложки на противоположное (по и против часовой стрелки) приводило к смене последовательности напыления слоев: по часовой – на TiN напыляется InSn, против часовой – Cu.

Микротвердость покрытий оценивали на приборе Buehler Micromet 5101 путем вдавливания пирамиды Виккерса с нагрузкой 50 г. Рентгеновский микроанализ показал равномерное распределение элементов. Однако содержание Cu в покрытии оказалось слишком велико – 50%, что сказалось на микротвердости покрытий.

Таблица 1.

№	Скорость вращения, об./мин	Направление вращения	HV 0,050
1	2	По часовой стрелке	251,9
2	2	Против часовой стрелки	236,7
3	2	Против часовой стрелки	237,7
4	2	По часовой стрелке	223,9
4а	-	Без покрытия	228,5
5	4	По часовой стрелке	203,3
6	4	Против часовой стрелки	194,1
7	6	По часовой стрелке	187,8
8	6	Против часовой стрелки	184,6
9	8	По часовой стрелке	183,1
10	8	Против часовой стрелки	191,5
11	20	По часовой стрелке	218,2
12	20	Против часовой стрелки	205,0
13	10	По часовой стрелке	192,7
14	10	Против часовой стрелки	180,3
15	12	По часовой стрелке	183,7
16	12	Против часовой стрелки	183,7

В таблице 1 представлены значения микротвердости 16-ти образцов покрытий TiN/Cu/InSn и TiN/InSn/Cu, напыленных при постоянных значениях мощности на всех магнетронах. Анализ показывает немонотонность полученных значений микротвердости, однако в основном они выше при вращении по часовой стрелке, т.е. TiN/InSn/Cu.

Наибольшая микротвердость – 252 HV получена для покрытия 1.

При вращении подложки и многократном прохождении ее перед магнетронами происходит осаждение распыленных с катодов атомов в широком диапазоне углов падения от нормали (0 – 90°). Скорость вращения подложки при этом весьма важна, так как и от нее зависит возможность зарождения и роста наклонных столбцов.

При вращении подложки против часовой стрелки произошло «закручивание» кристаллитов в поверхностном слое покрытия, определяемое преимущественным суммарным направлением поступления осаждаемого материала под разными углами на подложку из разных точек катода. В нашем случае направление поступления парового потока изменяется во время осаждения и рост отдельных столбцов будет «следовать» положению этого виртуального источника. «Закручивание» структуры приводит к уплотнению верхнего слоя.

Снижение тока медного катода до 0,2 А и увеличение тока катода индий-олово до 0,2 А привело к максимальным значениям микротвердости – 274,6 HV 0,050. Причем в этом случае выше значения микротвердости при вращении против часовой стрелки.

Подключение свинцового магнетрона при токе 0,2 А при тех же условиях работы остальных магнетронов дало аналогичные предыдущим результаты.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-19-00754).

Список литературы

- [1] Mulligan C.P., Gall D., CrN-Ag self-lubricating hard coatings. *Surface and Coatings Technology* Volume 200, Issue 5-6, 2005, Pages 1495-1500.
- [2] Kutschej K., Mitterer C., Mulligan C.P., Gall D., High-temperature tribological behavior of CrN-Ag self-lubricating coatings, *Advanced Engineering Materials* Volume 8, Issue 11, 2006, Pages 1125-1129.
- [3] Fuxing Yea, Xu Suna Nanoindentation response analysis of TiN-Cu coating deposited by magnetron sputtering// *Progress in Natural Science: Materials International* 28 (2018) 40–44.
- [4] Guleryuz, Canan G. Machining performance of TiN coatings incorporating indium as a solid lubricant as placeholders for microreservoir formation / Canan G. Guleryuz , James E. Krzanowski, Stephen C. Veldhuis, German S. Fox-Rabinovich // *Surface & Coatings Technology*. 2009. V. 203. P. 3370–3376.
- [5] Lozovan, A.A., Betsofen, S.Y., Savushkina, S.V., Lychovetsky M.A., Lesnevsky L.N. Nikolaev, I.A., Kubatina, E.P. Influence of Sputtering Geometry and Conditions on the Structure and Properties of the TiN–Pb Solid Lubricating Coatings Fabricated by Magnetron Co-Sputtering of Two Separate Targets// *Russian Metallurgy (Metally)*, 2022, 2022(11), pp. 1441–1448.
- [6] Lozovan A A, Lesnevsky L N, Betsofen S Ya, Liakhovetsky M A, Ushakov A M Structure and properties of solid lubricating coatings based on the TiN-Pb system 2018 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 387 01204 [10] Chen H, Zheng F, Cheng W, Tao P, Song C, Shang W, Fu B, Deng T 2021 *Materials & Design* **208** 109897.
- [7] Лозован, А.А. Структура и свойства композитных TiN–Pb-покрытий, напыленных на сплав ВТ6 магнетронным распылением постоянного тока / А.А. Лозован, С.Я. Бецофен, М.А. Ляховецкий, Ю.С. Павлов, И.А. Грушин, Е.П. Кубатина, И.А. Николаев *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2021. Т. 27. № 4. С. 70-77.

Многослойные композитные Ta/W покрытия, напыленные системой инвертированных магнетронов

А А Лозован, С Я Бецофен, А С Ленковец, Н А Иванов и Рыбаков Е М
ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (Национальный
исследовательский университет)», 125993, Москва, Россия

E-mail: el8i7presley@gmail.ru

Аннотация. Проведено напыление Ta/W композитных покрытий нанометровой толщины с помощью системы инвертированных магнетронов постоянного тока. Методом наноиндентирования определены твердость и модуль Юнга покрытий. Показано, что твердость покрытий растет с увеличением напряжения смещения на подложке.

1. Введение

Тугоплавкие металлы и сплавы сочетают в себе привлекательные свойства, такие как высокие температуры плавления, высокая плотность, высокая твердость и высокая прочность при повышенных температурах [1, 2]. Прекрасным примером является система тантал-вольфрам (Ta-W), которая широко изучалась в различных экспериментах. Сплавы Ta-W обладают интересными химическими и физическими свойствами. В [3] продемонстрировали, что при ионной бомбардировке не происходит радиационно-индуцированной кластеризации, и поэтому эти сплавы могут быть многообещающими кандидатами для применения в термоядерных реакторах. Кроме того, легирование W танталом может значительно улучшить механические свойства, что приведет к повышению твердости [3, 4] и увеличению пластичности [5].

Микроструктуры являются эффективным инструментом для управления механическими свойствами и получения сочетания высокой твердости и пластичности. Этого можно достичь, используя преимущества механизмов упрочнения, например, таких, как измельчение зерна и дисперсионное упрочнение. Было показано, что ОЦК-металлы и сплавы имеют гораздо более высокие коэффициенты Холла-Петча (kHp) по сравнению с кубическими металлами с закрытой упаковкой [6, 7]. Следовательно, измельчение зерна и формирование материала с нанокристаллической микроструктурой является путем значительного повышения твердости ОЦК-сплавов. Это было продемонстрировано для магнетронных пленок W и Ta. Например, в работе [7] были нанесены нанокристаллические пленки Ta с размером зерна 77 нм, твердость которых на порядок выше (11,6 ГПа), чем объемного Ta (~1 ГПа). Кроме того, осажденные напылением нанокристаллические пленки Ta-W с размером зерна 36 нм имели твердость почти 15 ГПа [8].

Перспективными также с точки зрения достижения высоких механических свойств являются мультискалярные многослойные композитные покрытия. Мультискалярные покрытия отличаются от обычных многослойных материалов тем, что прочные пакеты тонких слоев чередуются с толстыми монокристаллическими слоями одного компонента, которые затем вносят основной вклад в ударную вязкость. [9]. Таким образом, концепция этого подхода состоит в формировании микроструктуры с двумя различными условно "фазами" – упрочняющей и упрочняемой, что позволяет одновременно добиться высокой прочности и вязкости тонких пленок путем регулирования состава и свойств этих двух "фаз". Здесь упрочняющая фаза представляет собой твердый стек, состоящий из наноламинатов двух металлов с одинаковой кристаллической структурой, одинаковыми параметрами решетки и одинаковыми коэффициентами теплового расширения, но с сильно различающимися модулями Юнга. Эти твердые слои чередуются с толстыми, вязкими слоями (жесткими слоями) из более мягкого из

двух металлов для обеспечения жесткости структуры. Прекрасным примером является система очень близких по структуре и свойствам металлов Ta-W, которая широко изучалась в интересах разных отраслей промышленности.

Твердый стек, состоящий из набора наноламинатов, модулированных по составу, в составе композитного покрытия обеспечивает усиленное упрочнение. Высокая прочность чрезвычайно тонких слоистых композитов с толщиной слоя 5 – 10 нм была предметом исследований в течение многих лет. В этот период в дополнение к механизму, предложенному Келером рассматривались стандартные механизмы упрочнения Холла-Петча и Орована.

Тем не менее, несмотря на впечатляющие результаты по упрочнению многослойных нанокompозитов результатов исследований по оптимизации параметров набора наноламинатов, предназначенного для формирования в качестве упрочняющей "фазы" мультискалярных многослойных композитных покрытий, нами в литературе не обнаружено. Тем более отсутствуют данные по нанесению подобных структур инвертированными магнетронами.

В данной работе определяли механические характеристики набора наноламинатов системы Ta-W, сформированного на плоских подложках размером $20 \times 10 \times 5$ мм из X20H80 с помощью системы инвертированных магнетронов [10].

Подложки полировали наждачной бумагой зернистостью 320, 600, 1000, 1200, 2000, затем поверхность доводили финишной полировальной пастой с содержанием абразива 0,5 мкм. Далее загрязнения удаляли в ультразвуковой ванне с этиловым спиртом. Перед напылением подложки подвергали ионной очистке при напряжении 1100 В.

Было изготовлено 3 образца покрытий с напылением подслоя Ta (1 мкм) и поочередного напыления слоев Ta/W (в сумме 29 слоев по 100 \AA) с различным напряжением смещения ($U_{\text{п}} = 0, -100, -200 \text{ В}$) на подложке, но с одинаковой толщиной слоев. Режимы напыления представлены в таблицах 1 – 3.

Таблица 1. Режим напыления № 23. (Подслой Ta 1 мкм – Ta/W 29 слоев по 100 \AA).

Слой	$U_{\text{м}}, \text{ В}$	$I_{\text{м}}, \text{ А}$	$U_{\text{п}}, \text{ В}$	$I_{\text{п}}, \text{ А}$	$P_{\text{Аг}}, \text{ Па}$	$T, \text{ }^{\circ}\text{С}$	Время напыления $t, \text{ сек}$
Ta	250-285	1	0	-	0,3	350	480
Ta/W	250-285	1	0	-	0,3	-	29 проходов со скоростью 10 см/сек

Таблица 2. Режим напыления № 24. (Подслой Ta 1 мкм – Ta/W 29 слоев по 100 \AA).

Слой	$U_{\text{м}}, \text{ В}$	$I_{\text{м}}, \text{ А}$	$U_{\text{п}}, \text{ В}$	$I_{\text{п}}, \text{ А}$	$P_{\text{Аг}}, \text{ Па}$	$T, \text{ }^{\circ}\text{С}$	Время напыления $t, \text{ сек}$
Ta	250-285	1	100	0,03-0,1	0,3	390	600
Ta/W	250-285	1	100	0,03-0,1	0,3	-	29 проходов со скоростью 8 см/сек

Таблица 3. Режим напыления № 25. (Подслой Ta 1 мкм – Ta/W 29 слоев по 100 \AA).

Слой	$U_{\text{м}}, \text{ В}$	$I_{\text{м}}, \text{ А}$	$U_{\text{п}}, \text{ В}$	$I_{\text{п}}, \text{ А}$	$P_{\text{Аг}}, \text{ Па}$	$T, \text{ }^{\circ}\text{С}$	Время напыления $t, \text{ сек}$
Ta	250-285	1	200	0,05-0,14	0,3	430	720
Ta/W	250-285	1	200	0,05-0,14	0,3	-	29 проходов со скоростью 6 см/сек

Далее определяли механические свойства полученных покрытий (твердость и модуль Юнга).

В настоящее время одним из наиболее значимых методов оценки механических свойств в малых масштабах является наноиндентирование. С помощью этого метода можно измерять очень малые объемы материалов. При наноиндентировании нагрузка и смещение индентора регистрируются и анализируются для получения площади контакта. Механические свойства определяются без необходимости визуализации вмятин. Аналитические модели интерпретируют данные о смещении нагрузки для получения твердости, модуля упругости, ползучести и других механических свойств. Наноиндентирование проводили на приборе марки Hysitron ti 750 ubi. Результаты измерений приведены в таблице 4.

Таблица 4. Результаты измерений твердости модуля Юнга.

F, мкМН	Образец 23		Образец 24		Образец 25	
	H, ГПа	E, ГПа	H, ГПа	E, ГПа	H, ГПа	E, ГПа
2000	4,35	53,3	8,88	155,7	9,38	189,5
4000	8,73	154,5	10,22	137,0	11,69	197,5
6000	7,12	91,5	12,68	141,7	18,20	236,3
8000	9,55	142,4	12,38	139,9	13,28	228,5

Из значений в таблице 1 видно, что имеет место тенденция роста твердости с увеличением напряжения смещения на подложке.

Список литературы

- [1] S. Fritze, M. Hans, L. Riekehr, B. Osinger, E. Lewin, J.M. Schneider, U. Jansson, Influence of carbon on microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered TaW coatings, *Materials and Design* 196 (2020) 109070.
- [2] O.N. Senkov, G.B. Wilks, J.M. Scott, D.B. Miracle, Mechanical properties of Nb25Mo25Ta25W25 and V20Nb20Mo20Ta20W20, *Intermetallics* 19 (2011) 698–706, <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2011.01.004>.
- [3] A. Xu, D.E.J. Armstrong, C. Beck, M.P. Moody, G.D.W. Smith, P.A.J. Bagot, S.G. Roberts, Ion-irradiation induced clustering in W-Re-Ta, W-Re and W-Ta alloys: an atom probe tomography and nanoindentation study, *Acta Mater.* 124 (2017) 71–78, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.10.050>.
- [4] Y.J. Hu, M.R. Fellingner, B.G. Bulter, Y. Wang, K.A. Darling, L.J. Kecskes, D.R. Trinkle, Z.K. Liu, Solute-induced solid-solution softening and hardening in bcc tungsten, *Acta Mater.* 141 (2017) 304–316, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.09.019>.
- [5] M. Muzyk, D. Nguyen-Manh, K.J. Kurzydłowski, N.L. Baluc, S.L. Dudarev, Phase stability, point defects, and elastic properties of W-V and W-Ta alloys, *Phys. Rev. B Condens. Matter Mater. Phys.* 84 (2011) 1–17, <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.84.104115>.
- [6] D. Wu, J. Zhang, J.C. Huang, H. Bei, T.G. Nieh, Grain-boundary strengthening in nanocrystalline chromium and the Hall-Petch coefficient of body-centered cubic metals, *Scr. Mater.* 68 (2013) 118–121, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.09.025>.
- [7] M. Zhang, B. Yang, J. Chu, T.G. Nieh, Hardness enhancement in nanocrystalline tantalum thin films, *Scr. Mater.* 54 (2006) 1227–1230, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.12.027>.
- [8] C.L. Wang, M. Zhang, J.P. Chu, T.G. Nieh, Structures and nanoindentation properties of nanocrystalline and amorphous Ta-W thin films, *Scr. Mater.* 58 (2008) 195–198, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.09.042>.
- [9] Chunyu Jiang, Xiaoxiao Tian, Guodong Shi, Microstructure and Mechanical Properties of tough phase layers of a NiCoCrAl/YSZ Multiscalar Microlaminate, *Adv. Mater. Res.* 1089 (2015) 15–19, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1089.15>.
- [10] Lozovan A.A., Lenkovets A.S., Ivanov N.A., Alexandrova S.S., Kubatina E.P. System of inverted magnetrons for the formation of multilayer composites on axisymmetric small-sized

substrates. J. of Phys.: Conference Series. 2018;1121:012020. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1121/1/012020>.

Исследование зависимости структуры покрытия от режимов нанесения методом магнетронного распыления для сыпучих материалов

К Н Каримов ¹, Э Ф Вознесенский ² и Я О Желонкин ¹

¹ ООО «ФЕРРИ ВАТТ»

² ФГБОУ ВО «КНИТУ»

E-mail: karimov.k.ferryvatt@gmail.com

Аннотация. Исследованы процессы нанесения металлического покрытия Ti на порошок альфа Al₂O₃ методом магнетронного распыления. Проведен анализ полученных результатов.

1. Введение

С середины XX века по настоящее время происходит совершенствование методов получения изделий со сложной геометрии. Разработаны аппараты, способные изготавливать изделия необходимой формы по заданной программе. В настоящее время доступны 3D принтеры [1], которые в качестве материала для печати используют металлические прутки или порошки. Внутри вакуумной камеры, в среде инертного или реакционного газа металлический пруток сплавляется в готовое изделие, а порошок наплавляется послойно, создавая необходимую форму.

Таким образом, в качестве материала для изготовления деталей со сложной геометрией методом 3D печати может использоваться металлический порошок. С целью снижения массы получаемых изделий, разрабатываются новые виды core-shell порошков (от англ. core- ядро, shell-оболочка). В качестве ядра используется металл или неметалл, а в качестве оболочки, которая будет играть роль связующего используется металл, выбранный по заданным параметрам. Металлические покрытия core-shell порошков могут использоваться как сплавляемый компонент в порошковой 3D печати, временное защитное покрытие, как каталитический материал и др.

Core-shell порошки возможно получать соосаждением из коллоидных систем, аэродинамической сушкой, газо-термическими технологиями, вакуумно-плазменными методами, однако наибольший интерес представляют процессы, обеспечивающие нанесение равномерных по толщине и площади покрытий, например с применением систем постоянного перемешивания. В работе [1] проведен эксперимент по нанесению покрытия в среде аргона в вакуумной установке с постоянным перемешиванием. В экспериментальном исследовании использовался PVD метод конденсации с ионной бомбардировкой. В данной статье, исследовано нанесение покрытие PVD методом магнетронного распыления. В качестве подложки для нанесения металлического покрытия использовался порошок альфа Al₂O₃ сферической формы диаметром 50 мкм.

2. Материалы и оборудование

Для определения качества нанесенного покрытия, выбран конфокальный лазерный сканирующий микроскоп OLYMPUS OLS-4000. В качестве подложки для нанесения покрытий выбран сферический порошок альфа Al₂O₃, дисперсностью 50 мкм.

3. Ход работы

Для нанесения металлического покрытия выбран PVD метод магнетронного распыления. Использование метода магнетронного распыления позволяет наносить металлические и металлсодержащие покрытия высокой равномерности. Метод отличается высокой производительностью и отсутствием капельной фазы, как при использовании КИБ метода.

Нанесение покрытий проводили на вакуумной установке ВАТТ-74-2Д-2М производства компании ООО «ФЕРРИ ВАТТ» (рисунок 1) [2]. Установка оснащена двумя магнетронами, ионным источником, источником электрического смещения. В качестве перемешивающего устройства предусмотрен барабанный механизм перемешивания.



Рисунок 1. Внешний вид установки ВАТТ 74-2Д.

Перед процессом нанесения покрытия, проводили микроскопию и определяли массу исходного порошка альфа Al_2O_3 дисперсностью 50 мкм в вакуумную камеру, которая составила 10 г (рисунок 2).

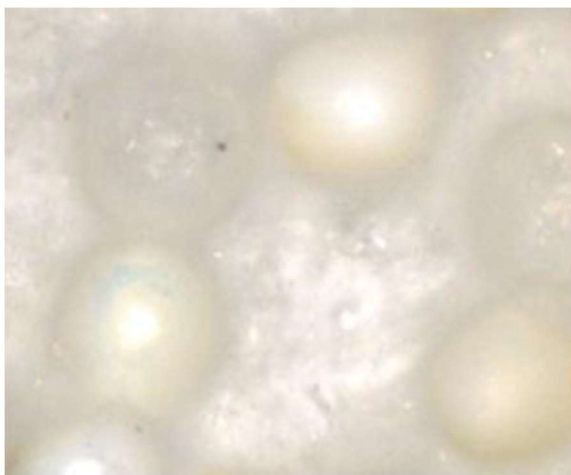


Рисунок 2. Результаты микроскопии порошка альфа Al_2O_3 .

После загрузки порошка в вакуумную камеру установки ВАТТ 74-2Д провели процесс дегазации камеры до остаточного давления 0,0133 Па. Затем в камеру подали инертный рабочий газ, с расходом 60 н.см³/мин до давления 0,2 Па. Провели очистку и дегазацию порошка в тлеющем разряде в течении 10 мин. Значение напряжения на инверторе смещения установили на 350 В, параметр силы тока составлял 1,5 А, частота составляла 40 КГц.

Весь процесс очистки и дегазации порошка, происходил при постоянном вращении барабанного механизма перемешивания с частотой вращения 10 оборотов в минуту.

После процесса очистки и дегазации поверхности порошков, произвели нанесение покрытия методом магнетронного распыления. Использовалась распыляемая титановая мишень.

Процесс нанесения титанового покрытия на порошок альфа Al_2O_3 , проводили при следующих параметрах: напряжение, подаваемое на магнетрон – 400 В, сила тока – 6 А, время обработки – 30 мин. Полученный порошок исследовали с помощью конфокального лазерного сканирующего микроскопа Olympus LEXT OLS-4000 (рисунок 3).

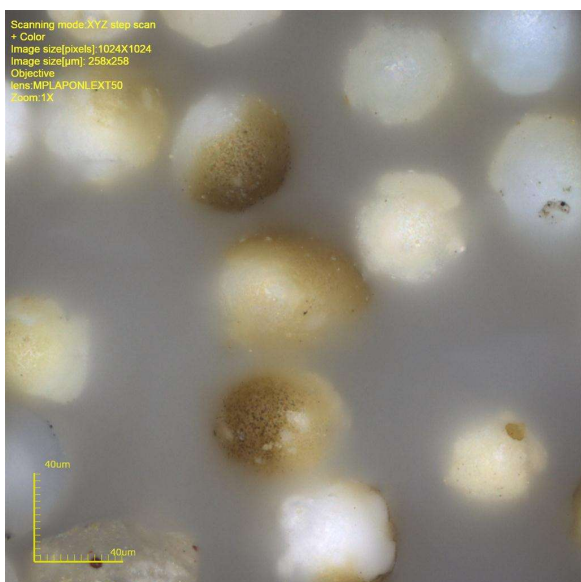


Рисунок 3. КЛСМ изображение порошка альфа Al_2O_3 , с титановым покрытием.

Полученный порошок обладает металлическим покрытием, однако присутствует примерно 40 % частиц без металлического покрытия. Это обусловлено коротким временем нанесения покрытия. Поскольку расстояние от магнетронного распылителя до подложки постоянно менялась, в силу работы системы перемешивания, часть гранул не получила полноценного покрытия по всей площади поверхности. При этом, исходя из рисунка 3, видно, что на гранулах отсутствует капельная фаза, что свидетельствует о равномерности наносимого слоя.

Для получение стойкого покрытия во всем объеме изменили параметр длительности нанесения покрытия на порошок на 30 минут, а также напряжение на инверторе магнетронного распылителя, значения напряжения составили 470 В, а силу тока увеличили до 8 А. После нанесения покрытия исследовали полученный порошок на КЛСМ микроскопе (рисунок 4).

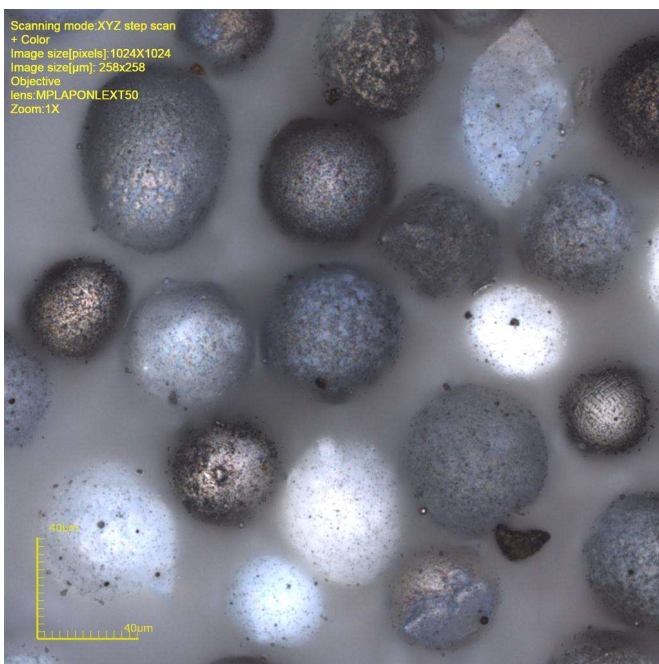


Рисунок 4. КЛСМ изображение полученного порошка.

На рисунке 4 представлено изображение, по которому можно определить, что 80% из всего объема порошка, обладает металлическим покрытием. Изменение режима и длительности нанесения в процессе нанесения покрытия положительно отразились на итоговом результате.

Выводы

PVD метод магнетронного распыления в сочетании с внутрикамерной механической перемешивающей системой барабанного типа позволяет наносить металлические покрытия на сыпучие материалы.

Полученный в ходе эксперимента порошок альфа Al_2O_3 с титановым покрытием при параметрах нанесения покрытия напряжение 450 В, сила тока 8А, Длительность 60 минут.

Целесообразно продолжить исследование процесса нанесения покрытия на порошковые и сыпучие материалы для определения оптимальных параметров, с целью использования в дальнейшем в 3D печати.

Список литературы

- [1] Каримов К Н, Вознесенский Э Ф, Тимошина Ю А, Гребенщикова М М, Тихонова Н В и Желонкин Я О 2022. Журнал «ТИТАН» №2 (75), стр. 33-36.
- [2] Желонкин Я О, Бикташев А А, Саликеев С И, Сунгатуллин И А и Желонкин О В 2019, НОВЕЛЛА, - С. 25-31.

Получение покрытий Ti-Al-Ta-Si-N методом реактивного магнетронного распыления

Е Д Кузьминов, А Р Шугуров и Ю А Гаранин

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, Россия

E-mail: evgenij_kuzminov00@mail.ru

Аннотация. В работе представлены результаты исследования покрытий Ti-Al-Ta-Si-N, полученных методом реактивного магнетронного распыления. Показано что напряжение смещения и парциальное давление азота оказывают существенное влияние на структуру и механические свойства покрытий, тогда как повышение температуры подложки приводит лишь к небольшому увеличению твердости и приведенного модуля Юнга.

1. Введение

В последние десятилетия покрытия $Ti_{1-x}Al_xN$ находят все более широкое применение в различных отраслях промышленности для повышения твердости и стойкости к окислению и износу различных деталей и механизмов [1]. Однако при температурах свыше 800-900 °C домены ϵ -AlN переходят в стабильную фазу вюрцита, что вызывает резкое снижение твердости и износостойкости покрытий [2]. Многочисленные исследования показали, что улучшение механических и трибологических характеристик, термической стабильности и стойкости к окислению покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ может быть достигнуто за счет их легирования Si, которое обуславливает формирование аморфно-нанокристаллической структуры [3]. Однако покрытия $Ti_{1-x-y}Al_xSi_yN$ часто характеризуются низкой трещиностойкостью и плохой адгезией к подложке. Эффективным способом улучшения данных характеристик может быть легирование покрытий $Ti_{1-x-y}Al_xSi_yN$ дополнительными химическими элементами. В частности, было показано, что добавление Ta в твердый раствор $Ti_{1-x}Al_xN$ обеспечивает повышение вязкости разрушения при сохранении высокой твердости, а также значительно увеличивает адгезию покрытий $Ti_{1-x}Al_xN$ [4]. Поэтому представляет интерес перспективным может быть одновременное введение Ta и Si в покрытия Ti-Al-N. Очевидно, что свойства таких покрытий существенно зависят от параметров их нанесения. Таким образом, целью данной работы является получение покрытий Ti-Al-Ta-Si-N и исследование влияния параметров осаждения на их структуру и механические характеристики.

2. Материалы и методы

Покрытия Ti-Al-Ta-Si-N наносили методом реактивного магнетронного распыления с помощью двух планарных магнетронов с мишенями TiAlSi и Ta диаметром 125 и 100 мм соответственно. Осаждение осуществлялось в среде из смеси газов аргона и азота на подложки из нержавеющей стали и монокристаллического кремния. Все подложки подвергались предварительной очистке в ультразвуковой ванне в спирте, а также ионной очистке в вакуумной камере в атмосфере аргона в течение 20 минут при давлении 0,1 Па.

Элементный состав, микроструктура поперечного сечения, морфология поверхности, и фазовый состав покрытий были исследованы методами энергодисперсионной спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и рентгеновской дифракции. Методом наноиндентирования были изучены механические характеристики покрытий. Остаточные напряжения в покрытиях были определены с помощью метода прогиба кремниевой подложки,

путем измерения радиуса её кривизны контактным профилометром до и после нанесения покрытия.

3. Результаты

В результате проведенных исследований было показано, что изменение отрицательного напряжения смещения U_s в диапазоне от 0 до -250 В приводит к снижению относительного содержания в покрытиях Al и Si, и, как следствие, к росту содержания Ti (Таблица 1). При этом относительное содержание Ta остается практически постоянным. Изменение элементного состава покрытий связано с эффектом их самораспыления из-за бомбардировки высокоэнергетическими ионами, который становится более выраженным с ростом U_s . При этом преимущественно распыляются более легкие атомы, т.е. Al и Si, что снижает их содержание в покрытии. Самораспыление покрытий также обуславливает формирование на их поверхности зубчатого рельефа. Причем высота неровностей, и как следствие, шероховатость поверхности растут с повышением U_s . Кроме того, с увеличением U_s из-за снижения содержания Si с 11 до 8 ат.% микроструктура покрытий меняется от однородной мелкозернистой к столбчатой. Остаточные сжимающие напряжения в покрытиях сначала возрастают, достигая $-5,8$ ГПа при $U_s = -100$ В, после чего снижаются до $-2,8$ ГПа при $U_s = -250$ В. Аналогичную зависимость от U_s демонстрируют твердость и приведенный модуль Юнга, а также отношения H/E^* и H^3/E^{*2} . Выявленная зависимость механических характеристик покрытий от напряжения смещения объясняется тем, что небольшое U_s способствует уплотнению структуры покрытий, вследствие внедрения высокоэнергетических ионов, а при больших U_s они, напротив, становятся менее плотными из-за образования столбчатых зерен.

Таблица 1. Элементный состав покрытий Ti-Al-Ta-Si-N при различном U_s .

U_s , В	Ti, ат.%	Al, ат.%	Ta, ат.%	Si, ат.%	N, ат.%
0	16,8	26	4,4	6,8	46
-100	19,4	24,8	4,1	6,4	45,3
-150	20,2	24,3	4,7	5,9	44,9
-250	20,7	24,5	4,6	6,2	44

Показано, что в диапазоне отношений парциального давления азота к общему давлению газовой смеси P_{N_2}/P_t от 0,1 до 0,4 происходит переход от металлического режима распыления мишеней Ti-Al-Si и Ta к режиму распыления химических соединений. Металлический режим распыления, который реализуется при $P_{N_2}/P_t = 0,1$, характеризуется наиболее высокой скоростью осаждения покрытий, однако они обладают нестехиометрическим элементным составом ввиду недостаточного содержания азота. При $P_{N_2}/P_t = 0,17$ имеет место переходный режим, когда наряду с распылением атомов распыляется некоторое количество нитридных соединений, что приводит к снижению скорости осаждения. Наконец, при $P_{N_2}/P_t \geq 0,23$ реализуется режим, в котором преимущественно происходит распыление химических соединений. В этом режиме скорость осаждения покрытий падает еще сильнее, однако, содержание азота в покрытиях становится близким к стехиометрическому. Методом рентгеновской дифракции установлено, что покрытия Ti-Al-Ta-Si-N, полученные при $P_{N_2}/P_t = 0,1$, являются рентгеноаморфными. Покрытия, нанесенные при $P_{N_2}/P_t \geq 0,17$, представляют собой твердый раствор Ti-Al-Ta-Si-N с однофазной ГЦК структурой типа NaCl. С увеличением P_{N_2}/P_t наблюдается формирование в покрытиях сильной текстуры (200). СЭМ-исследования показали, что покрытия, полученные при $P_{N_2}/P_t = 0,1$, обладают плотной микроструктурой без заметных деталей, которая характерна для аморфных покрытий. Остальные покрытия имеют мелкозернистую микроструктуру без

столбчатых зерен. Показано, что остаточные сжимающие напряжения в покрытиях сначала возрастают с повышением парциального давления азота и достигают максимальной величины $-5,9$ ГПа при $P_{N_2}/P_t = 0,23$. При более высоких значениях P_{N_2}/P_t формирование в покрытиях текстуры (200) приводит к уменьшению напряжений. Изменения химического состава и текстуры покрытий Ti-Al-Ta-Si-N, а также остаточных напряжений приводят к тому, что максимальными значениями H , E^* , H/E^* и H^3/E^{*2} характеризуются покрытия при $P_{N_2}/P_t = 0,23$.

Таблица 2. Элементный состав покрытий Ti-Al-Ta-Si-N при различном отношении P_{N_2}/P_t .

P_{N_2}/P_t	Ti, ат.%	Al, ат.%	Ta, ат.%	Si, ат.%	N, ат.%
0,1	28,3	27,1	6,9	9,7	28
0,17	21,4	27,1	5,6	6,2	39,7
0,23	17	25,4	4,5	6,2	46,9
0,3	17,5	25,4	4,2	6,5	46,4
0,4	18,5	22,6	3,4	6,2	49,3

Установлено, что при увеличении температуры подложки T_s от 25 до 425 °С элементный и фазовый составы, морфологию поверхности, микроструктуру и скорость осаждения покрытий Ti-Al-Ta-Si-N не претерпевают существенных изменений. В то же время, повышение T_s способствует росту в покрытиях остаточных сжимающих напряжений, что, в свою очередь, приводит к повышению их твердости H (Рисунок 1). Также происходит уплотнение структуры покрытий, вследствие чего их приведенный модуль Юнга E^* также возрастает с повышением T_s . Однако E^* растет медленнее, чем H , обуславливая увеличение отношений H/E^* и H^3/E^{*2} , что указывает на повышение трещиностойкости покрытий с ростом температуры подложки.

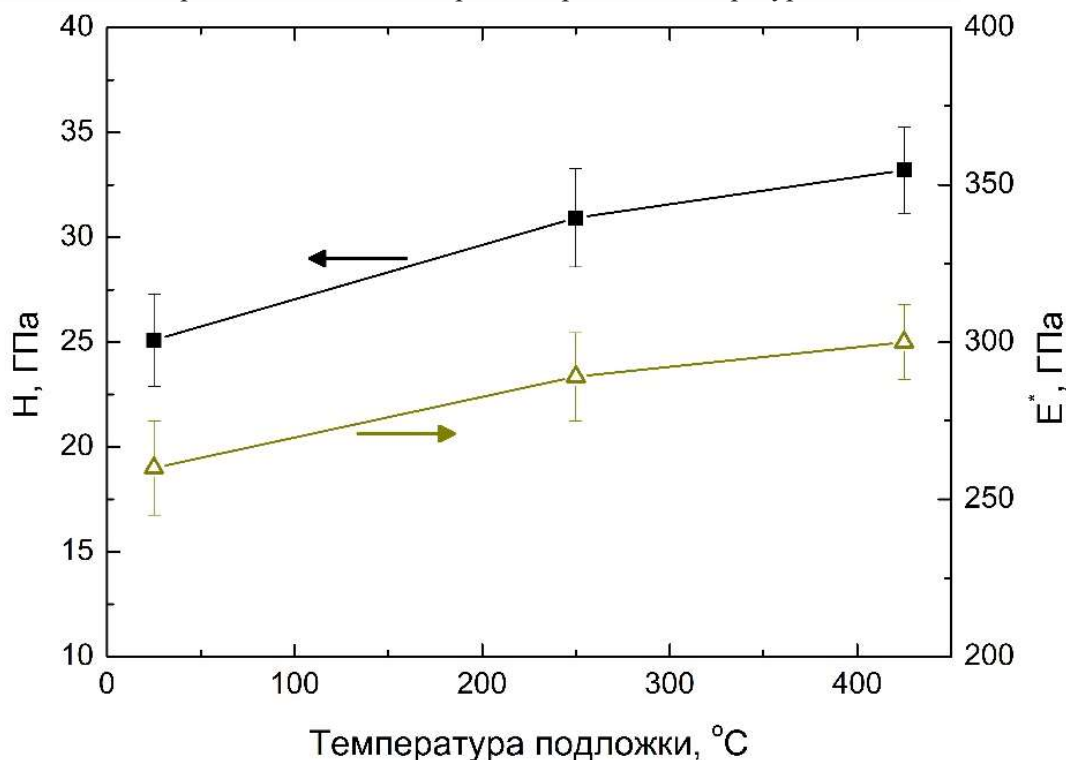


Рисунок 1. Зависимость твердости и приведенного модуля Юнга от температуры подложки.

4. Заключение

В результате проведенных исследований было изучено влияние параметров осаждения покрытий Ti-Al-Ta-Si-N на их характеристики. Показано, что максимального повышения механических характеристик покрытий Ti-Al-Ta-Si-N удастся добиться при отрицательном напряжении смещения, приложенного к подложке $U_s = -100$ В, отношении парциального давления азота к полному давлению $P_{N_2}/P_t = 0,23$ и температуре подложки $T_s = 425$ °С.

Благодарности

Работа выполнена в рамках гранта РФФ №22-19-00441.

Список литературы

- [1] PalDey S and Deevi S C 2003 *Mater. Sci. Eng. A* **342** 58–79.
- [2] Chen L, Paulitsch J, Du Y and Mayrhofer P H 2012 *Surf. Coat. Technol.* **206** 2954–2960.
- [3] Chen L, Yang B, Xu Y, Pei F, Zhou L and Du Y 2014 *Thin Solid Films* **556** 369–375.
- [4] Shugurov A R, Kuzminov E D, Kasterov A M, Panin A V and Dmitriev A I 2020 *Surf. Coat. Technol.* **382** 125219.

Магнетронное осаждение CrAlN покрытий с плазменным ассистированием

Д В Сиделёв и Е С Осипова

Инженерная школа ядерных технологий, Томский политехнический университет,
634050, Томск, Россия

E-mail: sidelevdv@tpu.ru

Аннотация. Рассмотрено влияние параметров системы осаждения на структурные и свойства Cr-Al-N покрытий и их твёрдость. Система осаждения состояла из комплекта магнетронных систем и высокочастотного плазменного генератора. Изучено влияния потока реактивного газа в камеру на режимы распыления хромовой и алюминиевых мишеней. Проведено две серии экспериментов. В первом случае изменялся поток азота, были получены Cr-Al-N покрытия, содержащие смесь металлических и/или нитридных фаз. Вторая серия экспериментов была направлена на напыление Cr-Al-N покрытий в металлическом режиме. Установлено, что твёрдость (6-28 ГПа) покрытий зависит от фазового состава, который регулируется как величиной потока азота, так и мощностью разряда для распыления мишеней. Выполнены расчёт удельной скорости магнетронного осаждения с использованием плазменного ассистирования и сравнительный анализ с технологией сильноточного магнетронного распыления.

1. Введение

CrAlN покрытия обладают высокой твёрдостью, термостойкостью до 1000°C, повышенной износостойкостью, высокой адгезией и коррозионной стойкостью. Данное покрытие широко востребовано для нанесения на металлорежущий инструмент для обработки металлов и сплавов высокой твёрдости. Для получения CrAlN покрытий применяется реактивное магнетронное распыление, которое сопряжено с рядом трудностей, обусловленных низкой скоростью осаждения сложных по составу покрытий на подложку и ввиду недостаточной стабильности процесса осаждения соединений металлов в атмосфере реактивных газов. Они вызваны взаимодействием реактивного газа с атомами материала мишени, вследствие чего происходит образование плёнки химического соединения не только с материалом, поступающим на подложку, но и с материалом мишени, анодов магнетрона, экранов и стенок камеры. Скорость распыления мишени значительно снижается из-за образования плёнки химических соединений, которые обладают значительно меньшим коэффициентом распыления в сравнении с металлами. Решение этих проблем состоит в поиске условий для обеспечения высокоскоростного осаждения покрытий на основе CrAlN.

Для распыления хрома в среде азота можно применить режим распыления «горячей» мишени (под этим режимом мы будем понимать распыление нагретой мишени, которая нагревается потоком бомбардирующих ионов и имеет сниженный теплоотвод). Нагрев хромовой мишени с помощью ионов из плазмы позволит избежать образование слоя CrN на поверхности мишени, согласно данным из фазовой диаграммы Cr-N [1-3]. Для распыления алюминия может быть использовано дуальное магнетронное распыление, которое характеризуется наибольшей стабильностью и производительностью при распылении металлов в реактивной среде. Ввиду того, что потоки атомов с распыляемых мишеней будут высокие, то потребуются дополнительно активировать реактивную атмосферу, чтобы обеспечить поток реактивных частиц и формирование необходимой стехиометрии покрытия на подложке. Это будет сделано с помощью радиочастотного плазменного генератора (РПГ), который вызывает диссоциацию и ионизацию реактивного газа в вакуумной камере за счёт электронного удара. Важно

расположение плазменных устройств внутри вакуумной камеры, чтобы обеспечить максимальную скорость осаждения покрытия из нитридов. РПГ должен размещаться в области подложки, чтобы его действие было в первую очередь направлено на область, где формируется покрытие. Таким образом, реактивный газ поглощается в основном плёнкой на подложке и будет минимизировано воздействие РПГ на работу магнетронных источников. Ввиду применения новой схемы организации процесса осаждения покрытий требуется определить оптимальные параметры системы напыления покрытий. Поэтому цель работы – установить закономерности осаждения CrAlN покрытий с помощью магнетронного распыления при разделении потоков газов в камеру и использовании дополнительного ассистирующего плазменного источника.

2. Экспериментальная часть

Перед напылением покрытий проводилась пробоподготовка подложек из стали 12x18н10т, заключающаяся в их шлифовке и полировке на шлифовально-полировальной машине (MP-1B GRINDER POLISHER) с использованием SiC бумаги разной зернистости (от P180 до P2500), алмазной суспензии 3 и 1 мкм и тканевых кругов. Далее выполнялось обезжиривание стальных подложек при помощи технического мыла, кипячение и последующей сушки в парах изопропилового спирта. После получения предельного вакуума (не хуже 5×10^{-3} Па) происходила финишная плазменная очистка образцов путём их бомбардировки пучком ионов аргона при давлении 0,1 Па в течение не менее 10 мин. Для напыления покрытий использовалась вакуумная ионно-плазменная опытно-промышленная установка, разработанная в НОЦ Б.П. Вейнберга Томского политехнического университета. Данная установка состоит из вакуумной камеры, системы откачки на базе турбомолекулярного насоса, системы планетарного вращения образцов (межосевое расстояние – 300 мм), система напыления. Последняя состоит из дискового ($\varnothing 90$ мм) магнетрона со среднечастотным источником питания с «горячей» хромовой мишенью, дуального магнетрона с алюминиевыми катодами ($\varnothing 90$ мм) с источником питания APEL-M (ООО «Прикладная электроника», Россия), источником индуктивно-связанной плазмы (РПГ-128, ООО «ЛВТ+», Россия) с высокочастотным (13,56 МГц) генератором COMDEL CX1250 (Comdel Inc., США). Схема осаждения представлена на рисунке 1. Первоначально был определён гистерезис процесса распыления при постоянном потоке аргона в камеру. Далее было выполнено 2 серии экспериментов, в первой - варьировался поток N_2 в камеру в диапазоне 0-45 cm^3/min , вторая серия – изменение средней мощности разряда по периоду распыления для магнетронов с Al мишенями от 2 до 1 кВт.

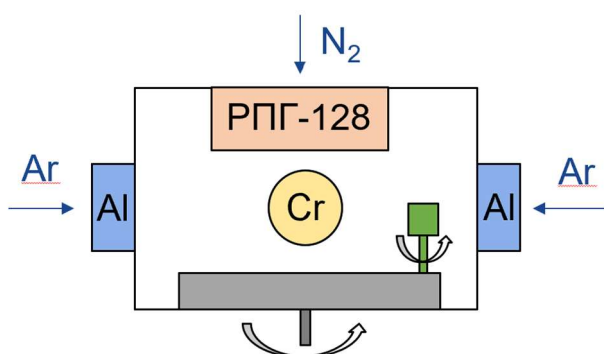


Рисунок 1. Схема осаждения Cr-Al-N покрытий.

Изучение кристаллической структуры полученных покрытий выполнялось с помощью метода рентгеновской дифракции Shimadzu XRD-7000S (Cu-K α 1 излучение). Толщина, микроструктура и элементный состав покрытий - с помощью сканирующей электронной микроскопии (Hitachi TM-3400S) и методом рентгеновского энергодисперсионного анализа. Твёрдость покрытий измерялась по методу Оливера-Фарра с помощью нанотвердомера ННТ².

3. Результаты и обсуждение

Рисунок 2 показывает гистерезисные петли напряжения разряда при распылении хромовой и двух алюминиевых мишеней в смеси аргона и азота. При использовании РПГ-128 реактивный газ (азот) диссоциирует на атомарный вследствие чего, он становится более активным по отношению к материалу распыляемых мишеней. Напряжение разряда для распыления алюминиевых мишеней меняется достаточно резко. Исходя из рисунка 2, для 1 серии экспериментов рассматривался весь диапазон потока азота. Во второй серии - только металлический режим для установления возможности повышения скорости осаждения покрытий.

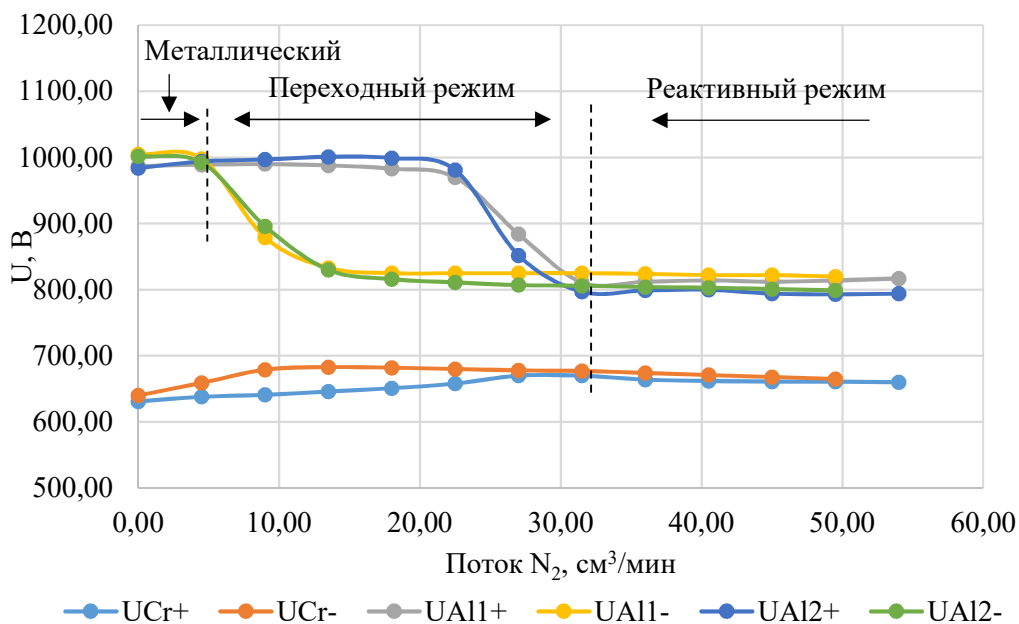


Рисунок 2. Гистерезисные петли напряжения разряда при распылении хромовой и двух алюминиевых мишеней в смеси аргона и азота. Обозначения «+» и «-» указывают на увеличение и уменьшение потока азота, соответственно.

На рисунке 3 представлены СЭМ-изображения микроструктуры покрытий в поперечном сечении в двух выбранных произвольно режимах осаждения. По полученным данным видно, что структура полученных покрытий плотная и столбчатая.

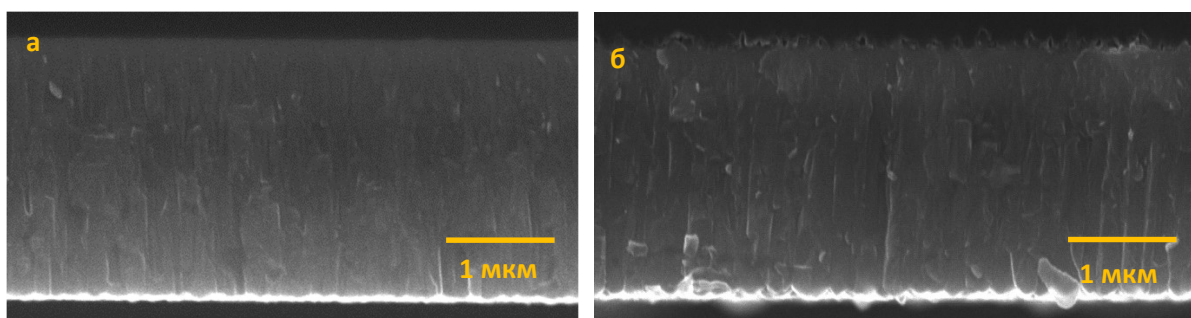


Рисунок 3. СЭМ-изображения микроструктуры покрытий в поперечном сечении, полученных при потоке азота 45 см³/мин (а) и при средней мощности разряда при распылении Al мишеней, равной 2 кВт (б).

Выполнены дополнительные эксперименты для расчета плотности ионного тока на подложки при осаждении покрытий без и с использованием плазменного ассистирования: плотность ионного тока равна 0,3-0,6 и 0,8-2,2 мА/см² в зависимости от параметров осаждения для первого

и второго случаев, соответственно. Более высокая (в 2,8-3,7 раз) плотность ионного тока на подложку приводит к формированию плотной микроструктуры покрытий независимо от режима осаждения, что обусловлено увеличением подвижности адатомов на поверхности конденсации, а также из-за эффекта «домино», когда бомбардирующие ионы низкой энергии вызывают смещения атомов в приповерхностных слоях покрытия.

На рисунке 4а приведены спектры рентгеновской дифракции образцов, полученных при изменении потока азота. Рефлексы α - и γ -Fe – сигналы от материала подложки (сталь 12х18н10т).

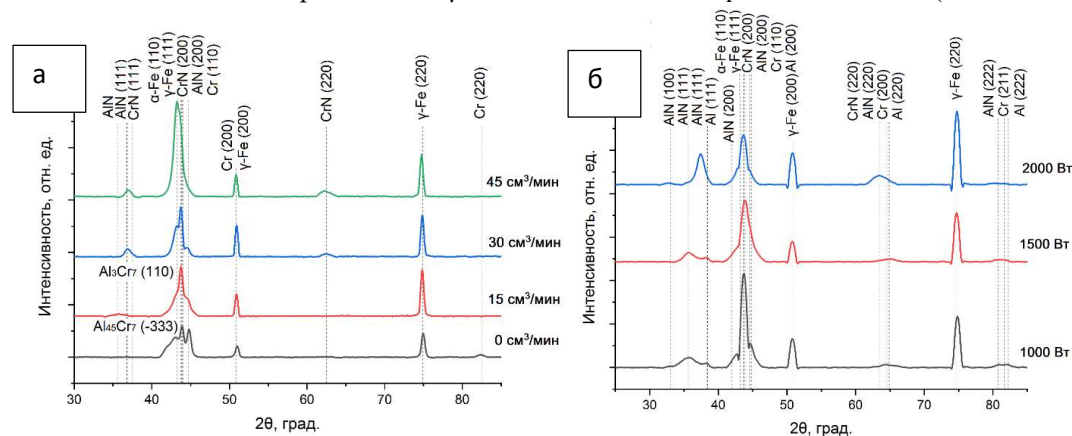


Рисунок 4. Спектры рентгеновской дифракции образцов, полученных при потоке азота в камеру 0, 15, 30 и 45 см³/мин (а) и средней мощности Al магнетронов, равной 1000, 1500 и 2000 Вт (б).

При увеличении потока N₂ фазовый состав покрытий изменяется от смеси металлических до нитридных фаз. Данные по фазовому составу хорошо коррелируют с результатами элементного анализа, представленного в таблице 1. Установлено (таблица 1), что твёрдые покрытия системы Cr-Al-N можно получать в реактивном режиме распыления (30 и 45 см³/мин), когда скорость осаждения заметно снижается в сравнении с металлическим режимом (режимы при 0 и 15 см³/мин).

Таблица 1. Данные по образцам Cr-Al-N, полученными при изменении потока N₂.

$Q(N_2)$, см ³ /мин	Элементный состав, ат.%			Твёрдость, ГПа	Скорость осаждения, мкм/ч
	N	Al	Cr		
0	0	58,2±0,5	41,8±1,5	8,1±10,2	3,0
15	21,3±1,5	51,1±0,6	27,6±1,1	2,6±1,3	3,7
30	58,5±1,2	13,8±0,2	27,8±1,0	28,6±3,0	1,4
45	56,1±0,3	13,8±0,1	30,1±0,2	28,1±2,4	1,4

Согласно рисунку 4б, при уменьшении мощности распыления Al фазовый состав Cr-Al-N покрытий изменяется от смеси нитридных к смеси металлических и нитридных фаз. В результате этого снижается твёрдость покрытий от 25,2 до 15,4 ГПа (таблица 2). Тем не менее, получен образец с твёрдостью 25,2 ГПа (таблица 2) при относительно высокой скорости осаждения (1,8 мкм/ч).

Для сравнения производительности предложенной методики напыления с используемой в настоящее время технологией сильноточного магнетронного распыления был выполнен расчёт удельной скорости осаждения ($V_{уд}$) CrAlN покрытия на неподвижную подложку при распылении (1 Вт) материала мишени площадью 1 см². Данные представлены в таблице 3.

Таблица 2. Данные по образцам Cr-Al-N, полученными в металлическом режиме.

$W(\text{Al})$, Вт	Элементный состав, ат.%			Твёрдость, ГПа	Скорость осаждения, мкм/ч
	N	Al	Cr		
2000	55,8±0,7	31,8±0,5	12,4±0,1	25,2±1,0	1,8
1500	40,4±0,7	43,1±0,4	16,5±0,3	15,4±0,6	2,6
1000	40,0±0,4	39,4±0,2	20,1±0,3	16,8±1,8	2,1

Согласно таблице 3, удельная скорость осаждения покрытий по экспериментальной технологии может быть выше в 2,1 раза по сравнению с производительностью сильноточного распыления.

Таблица 3. Сравнительный анализ удельной скорости осаждения Cr-Al-N покрытий.

№	Метод нанесения	Материал подложки	Твёрдость, ГПа	$V_{\text{уд}}$, мкм/ч
1 [4]	сильноточное магнетронное распыление	сталь М2 (2,6 ГПа), сталь 304 (2,0 ГПа)	29-35	0,27
2 [5]	сильноточное магнетронное распыление	WC-15Co (12,3 ГПа)	25-30	0,5
3	эксперимент	сталь 12x18н10т (2,1 ГПа)	25-29	0,41-1,05

4. Выводы

В работе выполнено изучение структурных и функциональных свойств CrAlN покрытий, полученных с помощью магнетронного распыления при отдельной газовой подаче и применении радиочастотного плазменного генератора (РПГ). Методом сканирующей электронной микроскопии показано, что покрытия – плотные, параметры осаждения слабо влияют на их микроструктуру благодаря увеличенной плотности ионного тока на подложки при использовании плазменного ассистирования. Установлено, что фазовый состав Cr-Al-N покрытий изменяется от смеси металлических до нитридных фаз при увеличении потока азота. Получены покрытия с твёрдостью до 28,6±3,0 ГПа. При снижении мощности Al магнетронов зафиксировано изменение фазового состава материала покрытий от смеси нитридных фаз к металлическим. Твёрдость покрытий снизилась с 25,2±1,0 до 15,4±0,6 ГПа. Предложенная методика осаждения покрытий характеризуется большей (в 2,1 раз) производительностью в сравнении с сильноточным магнетронным распылением.

Благодарности

Работа выполнена из средств проекта “Cutting tools regeneration by means of innovative vacuum plasma technologies”, поддержанного Cariplo Foundation (№2020.1156).

Список литературы

- [1] Bleykher G A, Borduleva A O, Krivobokov V P, Sidelev D V 2016 *Vacuum* **132** 62–69.
- [2] Sidelev D V, Bleykher G A, Krivobokov V P, Koishybayeva Z 2016 *Surface and Coatings Technology* **308** 168–173.
- [3] Grudin V A, Bleykher G A, Sidelev D V, Krivobokov V P, Bestetti M, Vincenzo A, Franz S 2019 *Surface and Coatings Technology* **375** 352–362.
- [4] Tang J F, Lin C Y, Yang F C, Chang C L 2020 *Coatings* **10** 546.
- [5] Bobzin K, Brögelmann T, Brugnara R H 2015 *Vacuum* **122** 201–207.

Тенденции развития технологий вакуумного корпусирования микросистем с применением газопоглотителей

А Н Бойко

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Россия

E-mail: anton.bojko@mail.ru

Abstract. Вакуумное корпусирование применяется при создании широкого ряда микроэлектромеханических систем, обеспечивая оптимальные условия для их функционирования. Заметной тенденцией развития технологий в данном направлении является применение интегральных технологий корпусирования на уровне пластины, в том числе, с применением способов низкотемпературного соединения. Другой тенденцией является применение газопоглощающих материалов с пониженной температурой активирования. При создании газопоглотителей активно используются многослойные структуры, расширяющие их функциональные возможности и обеспечивающие совместимость с интегральными технологиями изготовления микросистем.

1. Введение

Микроэлектромеханические системы (МЭМС) являются основой многих современных технических направлений – Интернета вещей, робототехники, так называемых «интеллектуальных» устройств. МЭМС включают в себя электронные и механические компоненты и выполняют более сложные функции, чем традиционные электронные схемы, состоят из большего количества базовых строительных блоков [1]. Механические компоненты, так называемые первичные преобразователи, предназначены для взаимодействия с внешней средой и в сочетании с электронными схемами преобразуют различные физические или физико-химические воздействия в электрические сигналы. Также возможно обратное преобразование – электрического сигнала в механическое действие, такие компоненты называют приводами или актюаторами.

Функционирование подвижных микромеханических компонентов требует создания герметичного пространства и защиты от воздействий окружающей среды. Поэтому для МЭМС требуется вакуум-плотное корпусирование, а для ряда высокооборотных конструкций, помимо этого, необходимо создание вакуума внутри герметичного объёма [2]. Основная причина потребности в вакуумировании – необходимость снижения газового демпфирования, под которым понимается рассеяние колебательной энергии микромеханического компонента в остаточной газовой среде. Вакуумное корпусирование подразумевает создание и поддержание вакуума в герметичной полости при эксплуатации и является одной из наиболее сложных задач производства микросистем [3]. Здесь требуется тщательный выбор конструкционных материалов с учётом их газопроницаемости, способности к газовыделению, совместимости с технологиями микросистемной техники.

Корпусирование МЭМС не достигло, и вряд ли достигнет, той степени стандартизации, которая характерна для корпусирования интегральных схем, вследствие широкого спектра конструктивных решений и выполняемых функций. Тем не менее, в данной области можно выделить ряд заметных тенденций: интегральное корпусирование на уровне пластины с применением технологий низкотемпературного и термокомпрессионного соединения, создание

новых типов газопоглощающих структур с пониженной температурой активирования и расширенными функциональными возможностями.

2. Интегральное корпусирование

Для герметизации микросистем могут применяться индивидуальные металlostеклянные или керамические корпуса, а также технологии интегрального капсулирования, когда вместо традиционных корпусов для создания герметичных полостей используются методы трёхмерной микрообработки. В наибольшей степени требованиям повышения производительности и уменьшения габаритов микросистем отвечают интегральные методы корпусирования типа «чип-к-пластине» и «пластина-к-пластине» [4]. Компоненты МЭМС, капсулированные таким образом, могут упаковываться более компактно, встраиваться в устройства высокого уровня интеграции с применением технологий 3D-сборки, в том числе совместно с ИС. Для создания микрополостей применяются разные способы соединения материалов: прямое соединение, анодное соединение, соединение через промежуточный слой. Анодное соединение характеризуется высокими требованиями к шероховатости поверхности и ограниченным выбором соединяемых материалов, а именно, кремнием и стеклом, а также высокой температурой проведения процесса.

Прямое соединение без использования промежуточных слоёв также требует высокого качества подготовки поверхности, тем не менее, существенным достоинством этой группы методов является возможность реализации процесса при низких температурах за счёт предварительной активации поверхности. Минимизация температуры имеет важное значение для интеграции подложек на уровне пластины, так как снижается уровень термомеханических напряжений на границе раздела и, тем самым, повышается надёжность соединения. Активация соединяемых поверхностей проводится бомбардировкой пучком быстрых атомов аргона или обработкой в аргоновой плазме, затем поверхности приводятся в контакт с приложением давления [5]. Атомы на обработанных поверхностях находятся в реактивном состоянии и образуют химические связи даже при комнатной температуре. Метод применим для соединения полупроводников, металлов и диэлектриков [6].

Соединение через промежуточный слой накладывает менее жесткие требования к шероховатости поверхности, могут использоваться различные материалы: припой (металлические, эвтектические, стеклянные); многослойные структуры. Разновидностью соединения через промежуточный слой является термокомпрессионный метод, в настоящее время он приобретает всё большее значение для групповых, в т.ч. промышленных, технологий производства МЭМС и перспективен для 3D-интеграции. Соединение пластин при использовании этого метода может быть выполнено при температурах до 400 °С с использованием различных промежуточных слоёв: Au, Cu, Sn, Al [6-8]. Связь образуется за счет диффузии в пограничных слоях и границах зерен одновременно с приложением давления и повышением температуры, оптимизация температуры, давления и времени процесса влияют на итоговый результат. На результат, помимо этого, влияет выбор промежуточных и адгезионных слоёв. Термокомпрессионное соединение применимо для вакуумного капсулирования микросистем на уровне пластины. Например, в работе [8] исследована низкотемпературная технология, в которой использовалось соединение слоёв Cu и Sn, для создания и поддержания вакуума в герметичных микрополостях применялся геттер на основе Zr-Ti-Ru. Технология показала свою применимость для группового корпусирования компонентов микросистем, были получены образцы с вакуумом не хуже $5 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст.

3. Газопоглощающие материалы и структуры

Для создания и поддержания вакуума в капсулированных микроструктурах используются газопоглотители (геттеры). Базовыми материалами для изготовления плёночных геттеров для микросистем являются Zr, Ti, V и сплавы на их основе, имеющие высокую поверхностную реакционную способность и высокую способность к диффузии в них газов. Активирование

плёночных геттеров в составе МЭМС совмещается с высокотемпературными процессами соединения материалов, упомянутыми выше анодным и термокомпрессионным соединением.

В микросистемной технике нашли применение плёночные нераспыляемые газопоглотители, формируемые методами магнетронного и катодного распыления, электронно-лучевого испарения. Такие газопоглощающие плёнки имеют столбчатую мелкозернистую структуру с развитой поверхностью межзёренных границ. СЭМ-изображения плёнок, осаждённых магнетронным распылением на кремниевую подложку, представлены на рисунке 1.

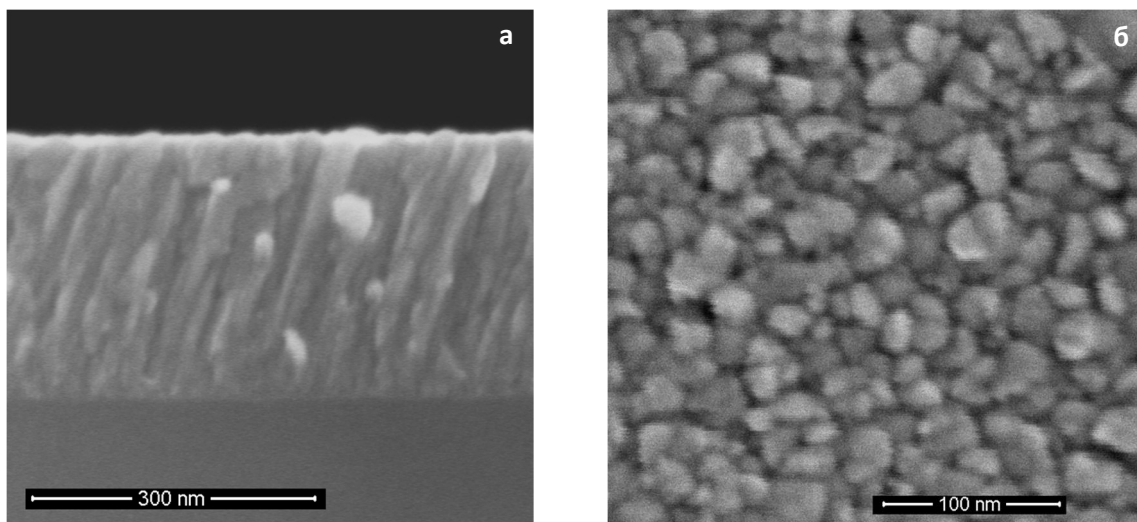


Рисунок 1. СЭМ изображения плёнок Ti-V на кремниевой подложке, сформированных магнетронным распылением [9]: торец (а); поверхность (б).

После напыления при взаимодействии с атмосферой геттеры покрываются оксидным слоем, который оказывает пассивирующий эффект, препятствуя дальнейшему проникновению газов в материал. Для приведения в рабочее состояние геттеры нагреваются, в результате чего на поверхности появляются неокисленные активные металлы – этот процесс называется активацией. Предохранить плёнку от преждевременного окисления может нанесение на поверхность защитного слоя инертного металла. Данное решение также позволяет управлять температурой и длительностью активации, а также увеличивать сорбционную ёмкость, препятствуя насыщению геттеров газами в ходе предварительных технологических операций. В ряде работ показана эффективность применения слоёв Au [10], или Pd [11] в качестве пассивирующих слоёв для многослойных геттерных структур. В [10] показано, что 5 нм слоя Au достаточно для защиты Ti от нежелательного окисления, в то время как 2 нм Au слой не препятствует окислению. Механизм активации подобных многослойных структур состоит в том, что при нагреве активный металл диффундирует через тонкую защитную плёнку на поверхность.

Применение многослойных структур, помимо удаления остаточных газов, позволяет решать дополнительные технологические задачи. В частности, в работах [6, 12] исследованы способы вакуумной герметизации по типу «пластина-к-пластине» с применением многослойных покрытий Au/Pd/Ti и Au/Ta/Ti, где слой Au выполняет не только функцию пассивирующего слоя, но и обеспечивает соединение пластин методом термокомпрессионного сращивания. Ti играет роль газопоглотителя, а Pd или Ta выполняют функции барьерного слоя, препятствуя диффузии Ti на поверхность во время этапа дегазации и соединения пластин при температуре около 200 °С. При более высоких температурах, 450 и 350 °С в случае Pd и Ta соответственно, Ti получает достаточную энергию для преодоления барьерного слоя и выходит на поверхность, т.е. происходит активация геттерной структуры. Одной из задач данных работ был подбор оптимальных толщин верхних слоёв – при малых толщинах формируются островковые несплошные плёнки, при больших – затрудняется выход Ti на поверхность.

Особенностью газопоглотителей на основе Ti, V или Zr является обратимая сорбция водорода, что в случае корпусирования микросистем является недостатком. Высокое сродство к кислороду, образование устойчивых гидридов и высокая растворимость водорода (до 20 %) характерны для иттрия, может сделать его основой для создания новых газопоглощающих материалов [13]. Исследования тонких геттерных плёнок на основе Y в комбинации с Ti, Zr, V и/или Al показали, что наиболее перспективными для сорбции как кислорода, так и водорода, представляется геттеры на основе сплава Y-Zr-Al [14].

4. Выводы

Актуальной задачей технологий вакуумного корпусирования микросистем является внедрение групповых технологий упаковки на уровне пластины. Технология термокомпрессионного соединения демонстрирует свою эффективность в интегральных способах корпусирования, а также даёт широкие возможности для применения газопоглотителей. При необходимости снижения температуры проведения процесса могут применяться методы поверхностной активации, однако их применение затрудняет процесс активации газопоглотителей и требует применения специальных технологических решений. В области создания новых типов газопоглотителей разрабатываются многослойные структуры с применением пассивирующих слоёв инертных металлов.

Список литературы

- [1] Ковалев А А, Яковлев О Ю, Зуев В И и др. 2019 *Наноиндустрия* **S(89)** 484-90.
- [2] Скупов А 2016 *Электроника: Наука, Технология, Бизнес* **5** 54-59.
- [3] Бойко А, Гаев Д, Тимошенко С 2022 *Электроника: Наука, Технология, Бизнес* **2** 88-92.
- [4] Torunbalci M, Alper S, Akin T 2015 *Journal of Microelectromechanical Systems* **24** 556-64.
- [5] Matsumae T, Kurashima Y, Takagi H 2018 *Microelectronic Engineering* **197** 76-82.
- [6] Kariya S, Matsumae T, Kurashima Y et al *Microsystems & Nanoengineering* 2022 **8**, 2 1-9.
- [7] Farisi M, Hirano H, Tanaka S 2018 *Sensors and Actuators A: Physical* **279** 671-79.
- [8] Kim T, Han S, Lee J, Na Y, Jung J, Park YC, Oh J, Yang C, Kim HY. 2023 *Micromachines* **14(2):448** 1-13.
- [9] Бойко А Н, Калмыков Р М, Гаев Д С и др. 2017 *Наноиндустрия* **S4 (74)** 561-65.
- [10] Wu M et al 2015 *Jpn. J. Appl. Phys.* **54** 030220.
- [11] Cui JD, Wu HT, Zhang Y. et al. 2021 *Rare Met.* **40** 2579-83.
- [12] Kariya S et al 2022 *Jpn. J. Appl. Phys.* 61 051004.
- [13] Kutyla C et al 2023 *Vacuum* **207** 111655.
- [14] Kutyla C et al 2022 *Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS (DTIP)* 1-4.

Формирование антиотражающего покрытия нитрида алюминия на экранах электронно-оптических преобразователей методом реактивного магнетронного распыления

Р А Каракулов^{1, 2}, Д Д Зыков¹, Р И Нуртдинов¹, А Ю Соколов¹, П И Коновалов¹ и Е Н Фёдоров²

¹ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова», 127030, Москва, Россия

²ФГБОУ ВО «МГТУ им. Н.Э. Баумана», 105005, Москва, Россия

E-mail: ruslankarakulov@yandex.ru

Аннотация. Представлен способ повышения рабочих характеристик электронно-оптических преобразователей (ЭОП) путём нанесения на поверхность экрана антиотражающего покрытия. Описаны физико-химические процессы, протекающие в области мишень-подложка при реактивном магнетронном распылении нитрида алюминия (AlN), а также гистерезис напряжения разряда в зависимости от потока азота применительно к установке «VSE-PVD-DESK-PRO». В работе представлены результаты оценки влияния режимов формирования AlN на коэффициент отражения рабочей зоны экрана ЭОП.

1. Введение

При проведении исследований в области быстропротекающих процессов [1] используют метод синхронной высокоскоростной съёмки. Применение для этих целей импульсных электронно-оптических преобразователей (ЭОП) позволяет создавать аппаратуру, обеспечивающую режим однокадровой и многокадровой скоростной съёмки с временами экспозиции до единиц наносекунд, а интервалами между кадрами до десятка наносекунд [2].

Наибольший интерес представляют так называемые планарные ЭОП с прямым переносом изображения, преимуществами которых являются малые габаритные размеры, высокое и однородное по полю пространственное разрешение, отсутствие геометрических искажений (дисторсии), устойчивость к внешним электромагнитным помехам. В случаях, когда не требуется высокое значение усиления яркости (≤ 20 отн. ед.), предпочтение отдаётся ЭОП без микроканальной пластины (МКП). Такие приборы имеют более высокое отношение сигнал/шум и, как следствие, качество регистрируемого изображения. Однако отсутствие МКП усиливает влияние паразитной фотоэлектронной эмиссии из-за отражённого от экрана света, что приводит к ухудшению пространственного разрешения и частотно-контрастной характеристики.

Для подавления данного негативного фактора на поверхность экрана ЭОП наносится покрытие с минимальным коэффициентом отражения. Известны работы по нанесению нитрида алюминия (AlN) на элементы фотоэлектронных устройств в качестве антиотражающего материала. Такое покрытие при определённых условиях приобретает столбчатую структуру и способствует поглощению падающего видимого света [3].

Некоторые технологические особенности магнетронного нанесения стехиометрического нитрида алюминия раскрыты в работе [4]. Однако анализ результатов патентного исследования и существующих технологий в области формирования AlN выявил противоречия по способам нанесения, режимам процессов, воспроизводимости выходных параметров. Отсутствие математических моделей не позволяет оптимизировать технологию по экстремальному значению выходного параметра. Поэтому в настоящее время нет возможности наносить нитрид

алюминия с минимальным коэффициентом отражения, повторяющимся от процесса к процессу. Для получения антиотражающего покрытия AlN с определённым рельефом поверхности, толщиной, составом требуется, исходя из физико-химических особенностей процесса формирования покрытия, определить соответствующие режимы стабильного магнетронного разряда и оценить их влияние на коэффициент отражения экрана ЭОП.

2. Описание процесса формирования AlN

Нитрид алюминия – двухкомпонентный материал, поэтому его формирование на подложке при использовании металлической мишени происходит реактивным методом. Вместе с рабочим газом аргоном (Ar) в зону распыления подаётся азот (N₂). Причём одновременно с образованием AlN на изделии протекает процесс нитридации мишени магнетрона. Чем больше доля азота в общем потоке газов, тем выше скорость «отравления» алюминиевого катода. Следует учитывать, что коэффициент распыления нитрида алюминия существенно ниже, чем для алюминия, поэтому скорость осаждения покрытия замедляется. Как только скорость нитридации мишени превышает интенсивность распыления, происходит резкий провал в скорости осаждения AlN на подложку – получается покрытие с избыточным содержанием азота. В этот момент меняются и физические характеристики магнетронного разряда, что характеризуется эффектом гистерезиса для напряжения в зависимости от потока активного газа.

В процессе работы с чистой алюминиевой мишенью подавляющая часть азота участвует как в распылении, так и в реакции с алюминием в рабочем объёме и на поверхности подложки. Данный процесс при стабилизируемой мощности характеризуется определёнными показателями тока и напряжения. Увеличивая расход азота, можно наблюдать плавное падение напряжения разряда, что объясняется ростом носителей заряда и, как следствие, тока. Как только поток азота станет таким, при котором мишень полностью покроется слоем нитрида, доля чистого алюминия в рабочем объёме резко сократится. То есть та часть азота, которая была задействована в реакции с атомами и ионами алюминия, начнёт участвовать в бомбардировке мишени. Это приведёт к резкому росту тока и падению напряжения разряда. Таким образом, процесс из реактивного переходит либо в состояние классического распыления плёнки нитрида алюминия с последующим её осаждением на изделие, либо в режим бомбардировки поверхности AlN ионами с такой низкой энергией, при которой не происходит выбивание атомов. Для того чтобы вернуть разряд на прежний уровень характеристик, т.е. в реактивный процесс взаимодействия распылённого алюминия с последующим образованием AlN на подложке, необходимо уменьшать поток азота до тех пор, пока скачкообразно не понизится ток разряда (повысится напряжение), а скорость распыления не превысит быстроту образования нитрида на поверхности мишени.

3. Оборудование и эксперименты

Первая серия экспериментов по отработке режимов нанесения плёнок AlN на экранах ЭОП реализована на модернизированной установке магнетронного распыления «VSE-PVD-DESK-PRO» (рисунок 1). Система откачки (турбомолекулярный N1 и мембранный N2 насосы) позволяет получать остаточное давление в рабочей камере $3,0 \cdot 10^{-6}$ Торр (контроль давления по широкодиапазонному вакуумметру P). Угловой дросселирующий клапан VI обеспечивает требуемую скорость откачки для поддержания рабочего давления в камере CV. На верхнем фланце расположены нагреватель для предварительного обезгаживания изделия A2 и магнетронный источник A1, через который напускаются рабочий (аргон) и реактивный (азот) газы. Игольчатые натекатели (VF2, VF3) с ручным приводом позволяют стабилизировать поток газов на определённом уровне. Изделия размещаются на подложкодержателе A3, поворотом которого можно позиционировать их под нужным технологическим источником. Для контроля скорости осаждения покрытия и толщины плёнки в процессе магнетронного распыления (in-situ) в нижней части камеры расположен датчик A4 с кварцевым резонатором («Inficon»). При разгерметизации камеры используется азот, подаваемый через клапан напуска VF1.

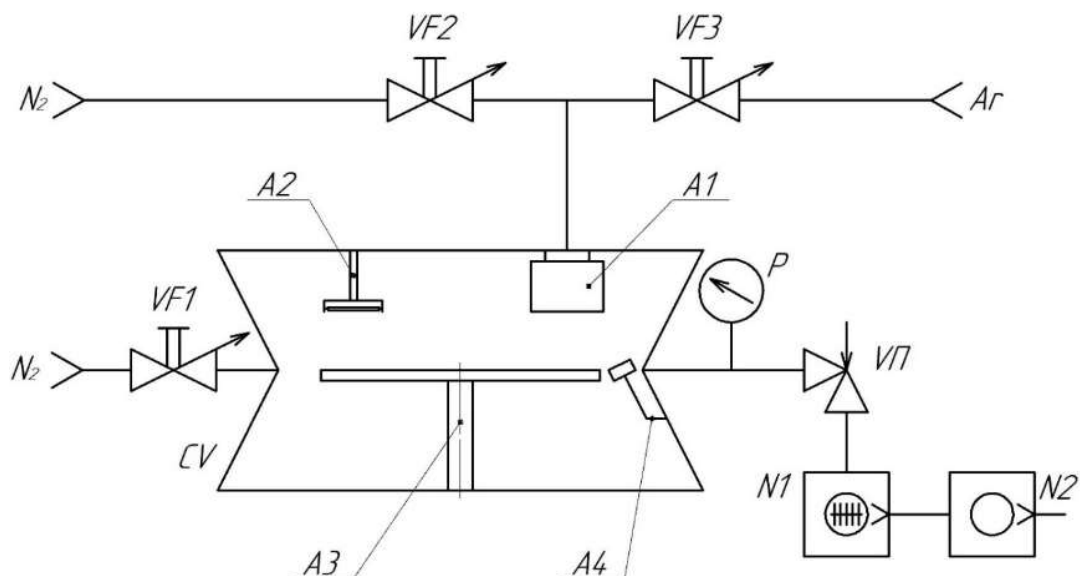


Рисунок 1. Схема установки «VSE-PVD-DESK-PRO».

Для определения режимов стабильного реактивного магнетронного распыления необходимо оценить эффект гистерезиса. Причём конкретный вид петли изменения ключевого параметра процесса зависит от распыляемого материала, типа получаемого покрытия (нитрид, оксид или пр.), скорости откачки, конфигурации подачи газов и их потоков, мощности разряда и т.д. Поэтому для каждой конкретной системы (установки) характер гистерезиса напряжения имеет уникальный вид.

В качестве стабилизируемых параметров процесса магнетронного распыления алюминиевой мишени в среде Ar определены мощность (150 Вт), давление аргона ($P_{Ar} = 1,3$ мТорр), скорость откачки (дросселирование до определённого уровня). Указанные показатели выбраны исходя из размера мишени и стабильного поддержания ионизации рабочего газа. При напуске N_2 характеристики разряда могут изменяться в связи с физико-химическими процессами в пространстве мишень-подложка, описанными выше. Поэтому в качестве варьируемого фактора выбрано процентное содержание азота (P_{N_2}) в общем потоке напускаемых газов. При различных парциальных давлениях N_2 получена характеристика напряжения разряда для установки «VSE-PVD-DESK-PRO» (рисунок 2).

В отсутствие азота напряжение составляет 393 ... 399 В, но при концентрации 2 ... 5 % начинается заметное снижение до 386 ... 390 В. Дальнейшее увеличение потока N_2 приводит к плавному уменьшению напряжения. Однако по достижении парциального давления 15 % от рабочего происходит резкий спад характеристики, что свидетельствует о полном «отравлении» мишени, переходе в режим распыления нитрида алюминия и избыточном содержании реактивного газа в камере. При последующем увеличении потока N_2 напряжение асимптотически приближается к значениям 268 ... 272 В.

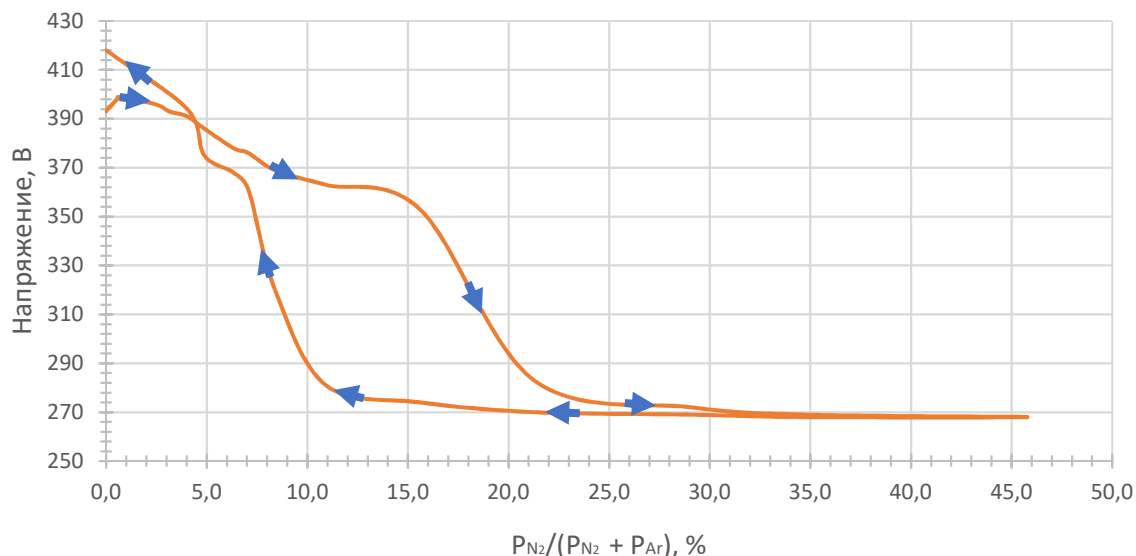


Рисунок 2. Гистерезис напряжения магнетронного разряда.

Для возврата магнетронного разряда в режим активного распыления мишени необходимо уменьшить поток N_2 до 5 ... 10 %. При этом напряжение становится выше исходного значения в связи с тем, что общий уровень дегазации со стенок и внутрикамерной оснастки понижается из-за осаждения на них распылённого алюминия.

При напряжениях разряда ≤ 300 В (распыление AlN) покрытие получается рыхлым с низкой когезионной прочностью. Поэтому для оценки влияния потока азота при магнетронном нанесении AlN на структуру покрытия и, как следствие, коэффициент отражения экрана ЭОП проведено 5 опытов в режиме стабильного реактивного процесса магнетронного распыления при концентрации азота до 15 % (таблица 1).

Таблица 1. Режимы формирования покрытия AlN.

№ опыта	Рабочее давление, мТорр	Мощность, Вт	Напряжение, В	Время, мин	Толщина, Å
1	2,2 - 2,3	150	381 - 383	7	500
2	2,0 - 2,1	150	369 - 370	8,5	500
3	2,3 - 2,5	150	363 - 367	8,5	500
4	2,8 - 3,0	150	351 - 354	11,5	500
5	2,5 - 2,6	150	340 - 342	11,5	500

В каждом наблюдении расход азота устанавливался таким образом, чтобы получить определённый уровень напряжения разряда. Остальные параметры стабилизировались.

4. Результаты и выводы

Выходной контролируемый показатель – коэффициент отражения света от рабочей поверхности экрана (длина волны 550 нм), покрытой тонкой плёнкой AlN. Измерения проводились на спектрофотометре «Izovac Epsilon Vis-NIR» в пяти точках (А, В, С, D, Е) каждого образца (рисунок 3). Экранам присваивался номер согласно таблице опытов (таблица 1); нулевой образец не имел покрытия.

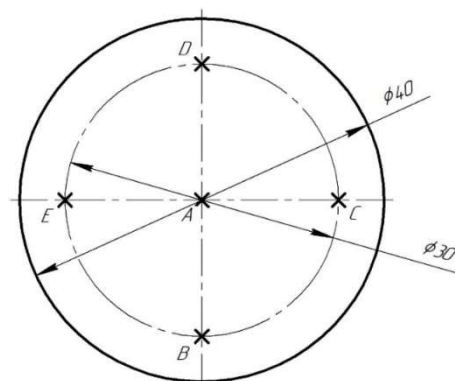


Рисунок 3. Схема измерений.

Таким образом, сравнивая результаты измерений (таблица 2), можно оценить влияние нитрида алюминия и параметров его формирования на коэффициент отражения рабочей поверхности изделия.

Таблица 2. Результаты измерений коэффициента отражения.

Номер экрана	Коэффициент отражения в точке, %					Среднее значение	Среднее квадратичное отклонение
	A	B	C	D	E		
0	0,94	0,87	0,92	0,89	0,93	0,91	0,03
1	0,84	0,75	0,71	0,74	0,69	0,75	0,06
2	0,15	0,17	0,17	0,15	0,17	0,16	0,01
3	0,24	0,25	0,23	0,21	0,22	0,23	0,02
4	0,23	0,19	0,22	0,22	0,21	0,21	0,02
5	0,59	0,55	0,57	0,60	0,57	0,58	0,02

При напряжении магнетронного разряда 340 ... 380 В коэффициент отражения покрытия существенно изменяется – от 0,16 % до 0,75 %. Причём, наименьшее значение достигается в диапазоне 350 ... 370 В. Это свидетельствует о том, что на подложке при такой характеристике разряда формируется требуемая рельефная структура.

Известно, что исследуемая характеристика тонкой плёнки зависит не только от её материала, структуры, но и толщины. Поэтому для получения точной математической зависимости коэффициента отражения от параметров разряда и толщины покрытия в дальнейшем планируется проведение полнофакторного эксперимента, где в качестве диапазона варьирования напряжения будет использован результат описанных в данной работе наблюдений (350 ... 370 В), а разброс толщины рассчитан исходя из энергетических требований к экранным узлам.

Список литературы

- [1] Мочалов М А Илькаев Р И и др. 2021 *ЖЭТФ* **160** 735-56.
- [2] Крутик М И 2002 *Специальная техника* **1** 36-41.
- [3] More-Chevalier J, Novotny M et al. 2020 *The Royal Society of Chemistry* **10** 20765.
- [4] Берлин Е В, Сейдман Л А 2014 *Получение тонких плёнок реактивным магнетронным распылением* 256 с.

Разработка покрытий для защиты авиационного остекления из поликарбоната от внешних факторов

А Ю Буднев¹, О Ф Просовский², А Н Исамов³, Ю О Просовский⁴, В А Смольянинов⁵

¹p.peregud@yandex.ru, +7-980-716-70-73

²pof@mail.ru, +7-910-915-31-82

³lab37@technologiya.ru, +7-910-706-05-65

⁴yurikobninsk@mail.ru, +7-910-863-02-54

⁵sv_undisputed@mail.ru, +7-915-893-20-14

АО ОНПП «Технология им. А.Г. Ромашина», г. Обнинск (ORPE «Technologiya», 249039, Obninsk), lab37@technologiya.ru.

Аннотация. В работе обозначена проблема необходимости защиты изделий авиационного остекления из поликарбоната от внешнего воздействия: абразивного, химического, солнечного излучения в режиме эксплуатации изделий остекления кабин самолетов. Разработан ряд покрытий, наносимых методом магнетронного распыления в вакуумной камере. Исследованы воздействия на покрытия температурных факторов, проведены испытания на абразивную устойчивость, влияние повышенных температур при растяжении, сравнение с аналогами.

1. Введение

Известно, что монолитный поликарбонат (PC), используемый в качестве материала остекления кабин перспективного авиакомплекса Т-50, при отсутствии защитного покрытия не проходит испытаний на абразивную устойчивость.

Цель работы - разработка и исследование эксплуатационных свойств защитных тонкопленочных покрытий, нанесенных на изделия из поликарбоната в вакуумной камере методом магнетронного распыления. На сегодняшний день для защиты остекления используется импортный кремний-органический лак. В процессе эксплуатации было замечено растрескивание лакового кремний-органического покрытия при сверхзвуковых режимах полета, при которых возникает воздействие повышенной температуры, растяжение и деформация деталей кабины. В связи с этим предполагается переход от применения защитного лака к напылению пленок PVD-методом.

Разработки проводятся на предприятии ОНПП "Технология" им. А.Г. Ромашина" на базе Лаборатории оптических покрытий, известной также по разработкам многофункциональных покрытий на изделия остекления кабин самолетов военного назначения с целью снижения заметности и защиты внутрикабинного пространства от инфракрасного и электромагнитного излучения.

2. Процесс разработки и производства покрытий

В качестве материала защитного покрытия для остекления кабин авиакомплекса Т-50 (рисунок 1) было решено использовать пленки диоксида кремния (SiO_2). Широко известно, что данный материал гарантирует защиту подложек от механического воздействия, обеспечивает химическую стойкость [1]. Как материал с низким показателем преломления, пленка диоксида кремния также обеспечит высокое светопропускание на готовом изделии и позволит избавиться от эффекта интерференции, который можно наблюдать при использовании органических лаков.



Рисунок 1. Сдвижная часть фонаря кабины пилота из РС.

В ходе данной работы напыление покрытий проводится при помощи уникальной установки, разработанной и построенной работниками ОНПП "Технология" специально для нанесения тонких пленок как на внутреннюю, так и на внешнюю сторону изделий авиационного остекления. Нанесение покрытий на изделия с большой площадью требуют соблюдения специальных технологий [2]. Вакуумная камера вертикального типа (рисунок 2) оснащена криогенной высоковакуумной системой откачки, в качестве источников распыления используются планарные дуальные магнетроны с длиной мишени 2200 мм, позволяющие достигать равномерности $\Delta h \leq \pm 1\%$. Комплекс также оснащен ионным источником с замкнутым дрейфом и системой прямого оптического контроля на образце-свидетеле.



Рисунок 2. Вакуумная установка напыления тонкопленочных покрытий на изделия авиационного остекления.

Сперва было проведено напыление однослойного покрытия SiO_2 на подложку из монолитного поликарбоната. При проведении испытаний возникла проблема, ограничивающая использование диоксида кремния на изделии из РС - выяснилось, что при длительном воздействии УФ-излучения происходит химическая реакция SiO_2 с материалом подложки, результатом которой

является деградация поверхности и разрушение защитного покрытия (рисунок 3). Возникла необходимость защитить подложку от взаимодействия с SiO_2 .

Нижеописанные разработки позволили, кроме устойчивости к внешним воздействиям, значительно повысить и оптические характеристики остекления. Широко известно, что многослойные покрытия на основе чередования материалов с высоким и низким показателями преломления позволяют добиться просветляющего (антиотражающего, или антибликового) эффекта относительно материала подложки без покрытия, значительно увеличивая ее оптические характеристики в широком диапазоне [3]. В ходе работы было спроектировано 4 дизайна двухслойной тонкопленочной просветляющей конструкции, где подложка защищена от взаимодействия с SiO_2 тонким слоем оксида с высоким показателем преломления - это позволит добиться заметного просветляющего эффекта в видимом диапазоне длин волн. Максимальный антибликовый эффект достигается применением методики расчета необходимых толщин материалов и низкой погрешностью при напылении (менее 1 нм). Разработка оптической конструкции проводилась с использованием программного пакета OptiLayer.

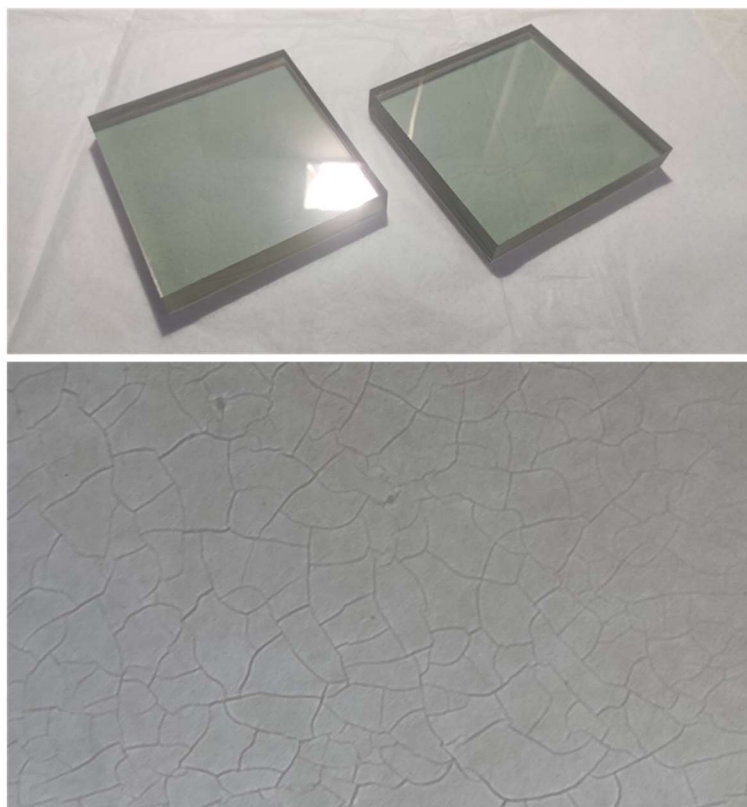


Рисунок 3. Растрескивание защитного покрытия на образцах из поликарбоната.

С целью проведения дальнейших испытаний в качестве материалов промежуточного слоя были выбраны диоксид титана (TiO_2), пентаоксид ниобия (Nb_2O_5), оксид индия-олова (ITO) и оксид алюминия (Al_2O_3). Обобщенная структура покрытия и его оптические характеристики представлены на рисунке 4.

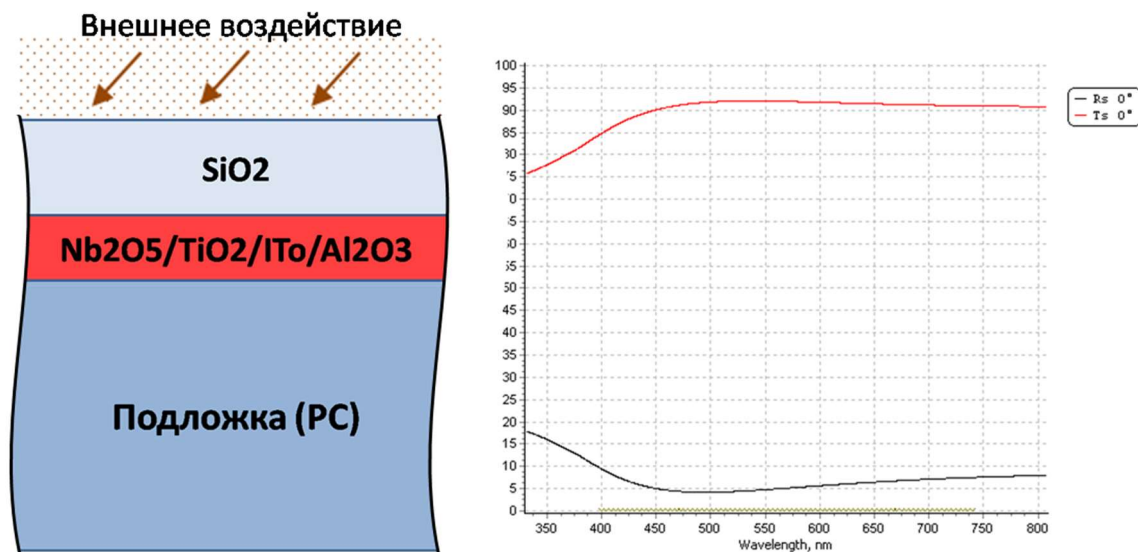


Рисунок 4. Структура и оптические характеристики защитного покрытия.

В результате пересчета оптических конструкций было получено 4 варианта покрытий, каждое из которых обеспечивало абразивную устойчивость, адгезию к поверхности, химическую стойкость и улучшение оптических характеристик относительно материала подложки в среднем на 3% пропускания (%T). Также покрытия имеют заметные преимущества относительно покрытий из кремний-органического лака. Изделия, покрытые лаком, демонстрировали ухудшение светопропускания (поглощение) и заметную интерференцию на поверхности изделия.

3. Испытание покрытий на воздействие внешних факторов

Проведены испытания полученных покрытий с целью выбрать конструкцию, наиболее устойчивую к воздействию физических факторов (абразивостойкость, воздействие повышенных температур и растяжение).

Испытания 1. Определение температуры появления дефектов на образцах из поликарбоната с покрытием.

Методика: Термостат предварительно нагревается до температуры 155°C. Образец с покрытием загружается в термостат и выдерживается в течение 5 минут, после извлекается и изучается на предмет возникновения дефектов. Испытание проводится в несколько циклов.

Результаты испытаний:

Таблица 1.

Тип покрытия	Дефекты при $t = 155^\circ$
$Nb_2O_5 + SiO_2$	Незначительные дефекты по всей поверхности
$TiO_2 + SiO_2$	Серьезные дефекты по всей поверхности
$ITO + SiO_2$	Серьезные дефекты по всей поверхности
$Al_2O_3 + SiO_2$	Сильное помутнение и очень серьезные дефекты по всей поверхности

Также испытания по вышеописанной методике показали, что кремний-органический лак растрескивается при предельной температуре 180-184 °C.

Испытания 2. Исследование состояния образцов из поликарбоната с покрытием при повышенных температурах и растяжении.

Методика: Образец нагревается со стороны покрытия лампой накаливания до достижения температуры 157°C, после достижения температуры выдерживается в течении 30 с. Температура измеряется термопарой, на поверхности с покрытием. По истечении времени выдержки нагрев

отключается. Затем образец устанавливается в оснастку для растяжения и прижатием свободной стороны к основанию оснастки образец растягивается. Далее образец остужается естественным путем и исследуется на наличие дефектов. При отсутствии дефектов цикл повторяется.

Результаты испытаний:

Таблица 2.

Тип покрытия	Номер цикла испытаний и дефекты	
	1	2
Nb ₂ O ₅ + SiO ₂ (вариант 1)	Незначительное помутнение покрытия, заметное только под определенным углом	Незначительное помутнение покрытия и тонкие трещины по всей зоне нагрева, не влияющие на эксплуатацию
Nb ₂ O ₅ + SiO ₂ (вариант 2)		
TiO ₂ + SiO ₂ (вариант 1)	Помутнение покрытия, заметное только под определенным углом	
TiO ₂ + SiO ₂ (вариант 2)		
ITO + SiO ₂ (вариант 1)	Помутнение покрытия, тонкие трещины по всей зоне нагрева	помутнение покрытия, тонкие трещины по всей зоне нагрева
ITO + SiO ₂ (вариант 2)		
Al ₂ O ₃ + SiO ₂ (вариант 1)	Помутнение покрытия, тонкие трещины по всей зоне нагрева	
Al ₂ O ₃ + SiO ₂ (вариант 2)		

Также испытания по данной методике кремний-органического импортного лака показали, что лак выдерживает 6 циклов нагрева и растяжения, прежде чем появляются тонкие трещины. Перед дальнейшими исследованиями было принято решение отказаться от образцов-аутсайдеров по результатам предыдущих испытаний, остановившись на образцах с покрытием Nb₂O₅ + SiO₂.

Испытания 3. Исследование образцов из поликарбоната с покрытием на устойчивость к абразивному износу и истиранию.

Методика: Образец помещается в абразиометр, испытание завершается при появлении сквозного следа.

Таблица 3.

Образец	№ оборотов без сквозного следа
Поликарбонат (ПК "Полигаль") без защитного покрытия	< 100
Поликарбонат (ПК "Полигаль") с покрытием (Nb ₂ O ₅ , SiO ₂)	1000
Поликарбонат (ПК "Полигаль") с защитным кремний-органическим лаком (импортным)	3000
Поликарбонат (ПК "Полигаль") с защитным лаком ПУ	10000



Рисунок 5. Образец из поликарбоната со сквозным следом, возникающим при испытании на абразивную устойчивость.

Заключение

Для защиты поликарбоната от воздействия внешних факторов можно допустить использование покрытия, внешним слоем которого будет выступать диоксид кремния. Однако, как выяснилось, необходимо защитить подложку от непосредственного контакта с SiO_2 . По результатам испытаний разработанных комбинаций наиболее предпочтительным является подслоу Nb_2O_5 , итоговое покрытие показало хорошие результаты при испытаниях на повышенную температуру и растяжение, приемлемые показатели абразивной устойчивости, также заметно улучшились оптические характеристики изделия.

Список литературы

- [1] П.А.Скулова, Г.А. Лоскутов. Разработка и исследование двухслойного просветляющего покрытия SiO_2 /ITO для солнечных элементов на основе аморфного кремния. Журнал радиоэлектроники. 2019. № 3. DOI 10.30898/1684-1719.2019.3.5.
- [2] André Anders. Plasma and Ion Sources in Large Area Coatings: A Review. // Surface & Coatings Technology. 2005.
- [3] А.А.Мельников, П.А.Щур. Прозрачные электропроводящие антиотражающие покрытия на основе ITO, SiO_2 , TiO_2 . Электронный научный журнал "Труды ВИАМ". 2019. №8. DOI 10.18577/2307-6046-2019-0-8-56-66.

Перспективные разработки АО ОНПП Технология им. А.Г.Ромашина в области конструкционной и приборной оптики

O.F.Prosovskii¹, D.N. Petrachkov¹, A.K. Khmel'nitskiy, Yu.O.Prosovskii¹,
A.Yu.Budnev¹, A.N.Isamov¹ and V.A.Smol'yani'nov¹
¹ORPE "Technologiya", 249030, Obninsk, Russia

E-mail: pof@mail.ru

Аннотация. Представляемые материалы являются обзорным докладом о деятельности НПК "Стекло" предприятия АО ОНПП "Технология" им. А.Г.Ромашина, г.Обнинск. Сделан акцент на основных направлениях производства и научных исследований. Особо выделено направление деятельности лаборатории оптических покрытий. Продолжением данных материалов являются доклады сотрудников лаборатории оптических покрытий по ряду научных и технологических работ.

1. Введение

Стекло нашло широкое применение в различных областях науки и техники. Деятельность НПК "Стекло" предприятия АО ОНПП "Технология" им. А.Г.Ромашина охватывает широкий спектр производства - остекление кабин железнодорожного транспорта (рисунок 1), создание и производство пулестойкого остекления (рисунок 2), специальных высокопрочных элементов для котлов высокого давления, батискафов (рисунок 3), производство ситалов и изделий из него (рисунок 4).



Рисунок 1. Остекление железнодорожного транспорта.



Рисунок 2. Пулестойкое остекление.



Рисунок 3. Специальные высокопрочные элементы для котлов высокого давления, батискафов.



Рисунок 4. Производство ситалов.

Особо стоит производство остекления для нужд авиации и космоса. Так в свое время было разработано и изготовлено остекление многогранного космического челнока "Буран". В настоящее время предприятие АО НПП "Технология" им. А.Г.Ромашина серийно выпускает остекление для целого ряда самолетов и вертолетов как военного, так и гражданского назначения, специальной техники (рисунок 5).



Рисунок 5. Продукция НПК "Стекло".

Благодаря наличию испытательной станции и уникальных стендов (рисунок 6) вся серийная продукция проходит международную сертификацию.



Рисунок 6. Уникальный стенд испытания изделий на птицестойкость.

Научные исследования лабораторий находят практическое воплощение научных результатов в производстве.

2. Деятельность лаборатории оптических покрытий

Технологии вакуумных оптических покрытий в АО ОНПП "Технология" им. А.Г.Ромашина имеет более чем полу-вековую историю. Первенцами выпускаемой продукции были зеркала для скафандров космонавтов и защитные стекла шлемов, покрытые золотом. Забрала Знаковой продукцией с покрытиями были элементы из рубинового стекла для кремлевских звезд.

В настоящее время деятельность лаборатории оптических покрытий ведется в двух направлениях - направление функциональных покрытий для авиационного остекления и направление покрытий прецизионной оптики.

3. Функциональные покрытия для авиационного остекления

В лаборатории оптических покрытий в 2006 году было завершено создание технологии и производства авиационного остекления из органического стекла с многофункциональным покрытием, началось мелкосерийное производство. В ходе работ было создано экспериментальное лабораторное оборудование. В качестве установки использовали вакуумную камеру

ВУ-1А, которая была глубоко модернизирована под применение планарных магнетронов. Была разработана и внедрена система широкополосного оптического контроля, позволяющая в режиме реального времени наблюдать спектральную зависимость наносимого покрытия. Благодаря созданию экспериментальной установки были выбраны пленкообразующие материалы изучены и определены их оптические константы, получены экспериментальные образцы, удовлетворяющие требованиям заказчика.

Следующим этапом стало успешное масштабирование разработанных технологии и оборудования. Была создана крупногабаритная вакуумная камера и весь комплекс технологических устройств и оснастки (рисунок 7).



Рисунок 7. Крупногабаритная вакуумная установка для нанесения многофункциональных покрытий.

Исследования в области применения дуальных магнетронных систем позволило усовершенствовать как саму технологию нанесения покрытий, так и оборудование. Была создана вакуумная магнетронная установка вертикального типа, использование которой позволило создать остекление самолета пятого поколения с многофункциональным покрытием (рисунок 8).



Рисунок 8. Магнетронная напылительная установка вертикального типа.

На сегодняшний день АО ОНПП "Технология" им. А.Г.Ромашина является единственным в РФ предприятием, выпускающим авиационное остекление из полимерных материалов с многофункциональными покрытиями.

4. Оптические покрытия для прецизионной оптики

Для решения задач по производству элементов приборной оптики в советское время предприятием были приобретены вакуумные установки высокого класса для своего времени - ВАК-760, фирмы BALZERZ, но эксплуатация в течении более 30 лет привела не только к их физическому износу, но и к техническому устареванию. В период 2010-2013 годы была проведена глубокая модернизация двух установок, в результате которой было получено высокоточное оборудование, не уступающее лучшим зарубежным образцам. Был получен значительный экономический эффект в плане "приобретение нового импортного оборудования - модернизация имеющегося оборудования" - было сэкономлено более 860 000 Евро, (рисунок 9).



Рисунок 9. Напылительное оборудование для производства интерференционных светофильтров.

Наше оборудование электронно-лучевого типа напыления укомплектовано криогенной откачной системой и оснащено по последнему слову техники: применены современные электронно-лучевые испарители с двух координатной разверткой, ионным асистируванием процесса напыления покрытия, системой прямого оптического контроля по пролетному образцу. Используется мощный математический аппарат, позволяющий не только синтезировать дизайны интерференционных покрытий, но и в режиме реального времени нивелировать оставшимися слоями оптической конструкции многослойного интерференционного светофильтра ошибки предыдущих слоев. Имеющийся технологический инструмент позволяет воспроизводимо производить интерференционные светофильтры с числом слоев конструкции 70-80.

Имеющийся опыт в построении магнетронных распылительных систем, в том числе и дуальных позволило создать в лаборатории оптических покрытий уникальное лабораторное оборудование технологии PARMS. Это раздвигает наши научные горизонты в области получения сверхсложных оптических покрытий, исследованиях в области оптических метаматериалов и их применения в конкретных изделиях.

Технология получения сложных многослойных интерференционных покрытий

Yu.O.Prosovskii¹, O.F.Prosovskii¹, A.Yu.Budnev¹, A.N.Isamov¹, and V.A.Smolyaninov¹.

¹ ORPE “Technologiya”, 249030, Obninsk, Russia

E-mail: yurikobninsk@mail.ru

Аннотация. Была рассмотрена математическая модель технологии получения сложных многослойных (с числом слоев больше 50) интерференционных покрытий. Выделены основные компоненты, необходимые для получения подобных покрытий, а также рассмотрены особенности технологии, в целом, позволяющие получать многослойные оптические покрытия с высокой воспроизводимостью от процесса к процессу. Была произведена апробация технологии на производстве и получены покрытия с большим числом слоев оптической конструкции.

1. Введение

Сегодня, оптика и современные оптические приборы широко применяются для решения задач промышленности и занимают особое место в сфере производства РФ. Важную роль в современных оптических приборах играют оптические покрытия. Современная номенклатура оптических покрытий крайне обширна и позволяет применять их абсолютно во всех сферах нашей жизни: быт, безопасность, транспорт, военная техника и медицина. С каждым годом растут требования к оптическим деталям, следовательно, повышаются требования и к наносимым оптическим покрытиям, что вынуждает производителей искать новые, уникальные способы и технологии получения оптических покрытий, позволяя существенным образом улучшить оптические характеристики деталей [1].

Именно поэтому, процесс получения оптических покрытий сложный, требующий комплексного подхода и глубокого анализа, чтобы получать ту или иную оптическую конструкцию, удовлетворяющую поставленной задаче. Условно, технологию получения оптических покрытий можно разделить на 3 основных компонента: расчет конструкции оптического покрытия и оптических констант средствами САПР, контроль оптического покрытия в процессе нанесения и способы минимизации погрешностей для обеспечения максимальной воспроизводимости от процесса к процессу (рисунок 1).

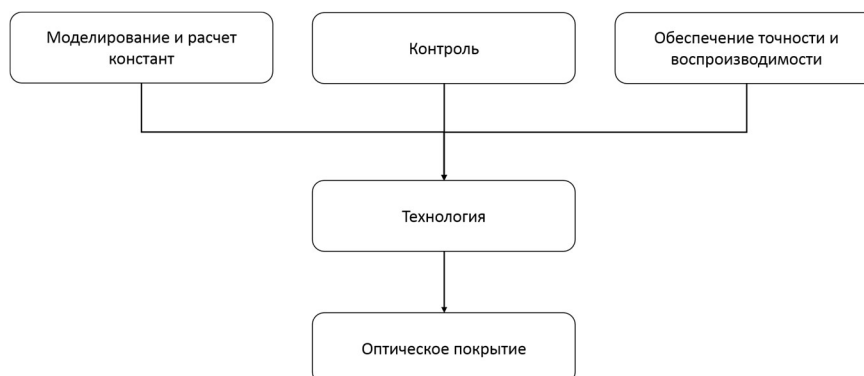


Рисунок 1. Математическая модель технологии получения многослойных оптических покрытий.

2. Расчет оптических констант

Расчет оптических констант подложки и пленкообразующих материалов является первым этапом для получения качественной оптической конструкции, поскольку при неправильном расчете будет невозможно точно рассчитать и, соответственно, получить планируемое многослойное оптическое покрытие. Для расчета многослойных интерференционных структур активно используются средства САПР. В нашей лаборатории применяется ПО OptiLayer, которое, на сегодняшний день, является одним из лучших в данной области. САПР OptiLayer – программа для расчета, анализа, моделирования и оптимизации оптических покрытий, содержащая в себе 3 программно-вычислительных модуля: OptiLayer, OptiChar и OptiRe (рисунок 2).

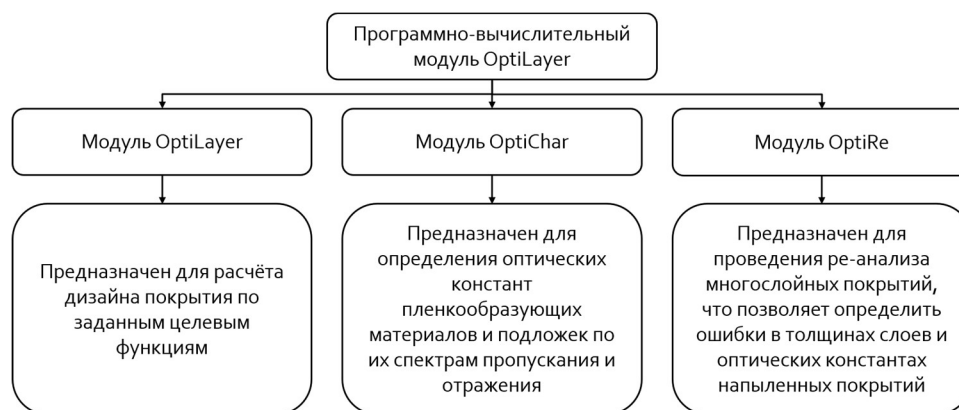


Рисунок 2. САПР OptiLayer.

При расчете оптических покрытий важно руководствоваться не только техническим заданием, но и возможностью практического применения оптического покрытия. В этом активно помогает оптимизация оптических покрытий при помощи САПР. Оптимизация включает в себя не только подбор оптической конструкции по числу наносимых оптических слоев, но также и по толщине каждого слоя оптической конструкции в отдельности; расположение слоев различных пленкообразующих материалов (при использовании 3 и более) в оптической конструкции, а также регулирует общую толщину моделируемого оптического покрытия, при условии максимального приближения к целевой функции. Так, например, на рисунке 3 слева приведено покрытие «до» оптимизации, а справа «после».

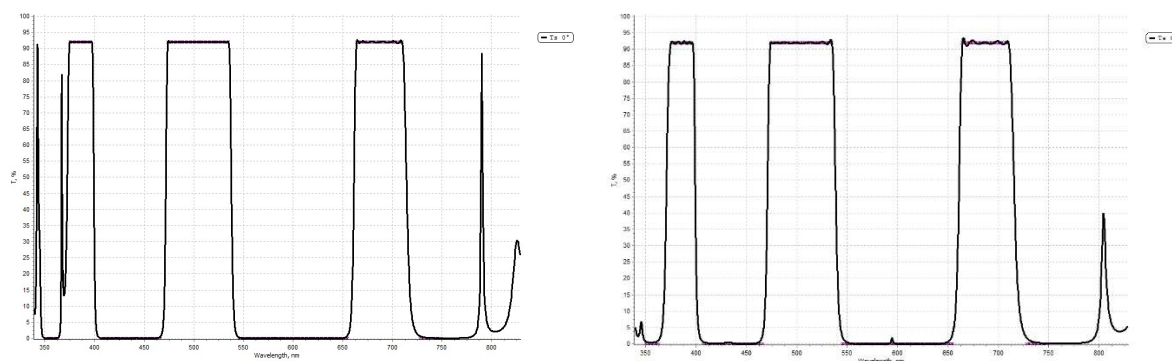


Рисунок 3. Спектральная зависимость пропускания оптического покрытия «до» и «после» оптимизации.

Как можно видеть из рисунка 3 спектральная зависимость пропускания практически не изменилась (коэффициент невязки составил 0,3 и 0,5 соответственно). При этом, удалось достичь

существенного снижения числа слоев оптической конструкции (с 75 до 48), а также избавиться от тонких слоев (от 0.5 до 5 нм), которые крайне сложно получить на практике.

3. Обеспечение точности и воспроизводимости

После корректного расчета оптических констант и оптической конструкции важно получить его на производстве. Огромную роль в этом играет система контроля толщины оптических покрытий. Наиболее перспективными, на сегодняшний день являются системы прямого контроля, проводящие измерения непосредственно на изделии, закрепленном на подложкодержателе (рисунок 4) [2].

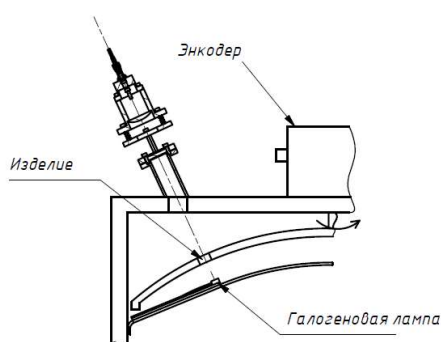


Рисунок 4. Структурная схема системы прямого оптического контроля.

В нашей лаборатории применяется система ВВОМ (Broadband Optical Monitoring) - система прямого широкополосного контроля толщины наносимых оптических покрытий с возможностью реанализа и реоптимизации непосредственно в процессе нанесения оптической конструкции. Данная система управляет процессом в автоматическом режиме, к тому же обладает различными алгоритмами упреждения, позволяющими учесть время закрытия заслонок, что минимизирует возможные «перепыления» или «недопыления» наносимого слоя оптической конструкции. Кроме того, возможность оптимизации покрытия непосредственно во время процесса нанесения оптической конструкции позволяет пересчитывать слои покрытия еще не нанесенных слоев оптической конструкции с учетом ошибок уже нанесенных, чтобы обеспечить максимальное совпадение целевой функции и реально нанесенного покрытия (рисунок 5) [3].

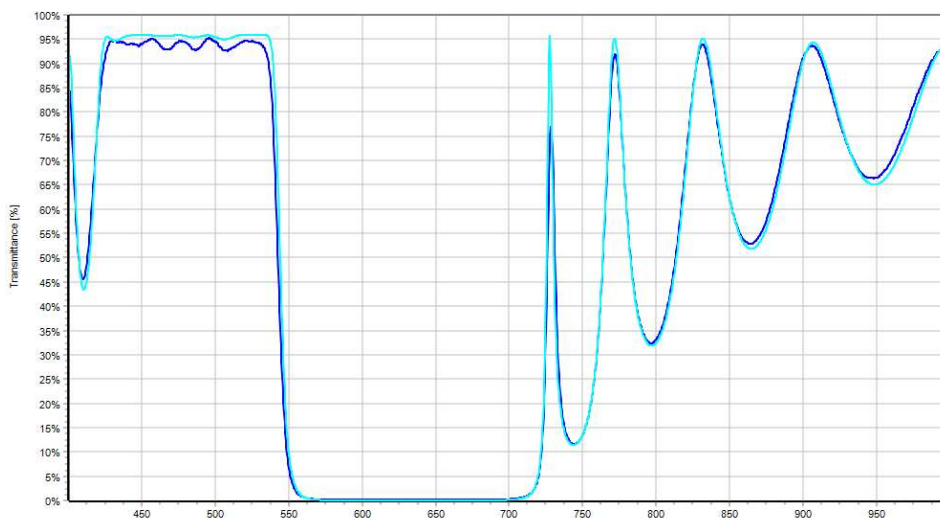


Рисунок 5. Результат работы ВВОМ.

Не менее важным компонентом, необходимым для массового производства оптической конструкции – воспроизводимость покрытий от процесса к процессу. Чем больше слоев необходимо напылить – тем сложнее обеспечить заданную точность, даже с учетом возможной реоптимизации покрытия. Поэтому, для напыления интерференционных оптических покрытий с числом слоев больше 50, нами была разработана конструкция прибора – чейнджер, позволяющая разбить общую оптическую конструкцию на несколько, с меньшим числом слоев [3]. Благодаря чейнджеру, становится возможным обеспечить крайне высокую точность и воспроизводимость оптических интерференционных покрытий с большим числом слоев, ввиду возможности разбить общее оптическое покрытие на несколько, с меньшим числом слоев, но с сохранением порядка нанесения интерференционных слоев. Условно, подобный процесс показан на рисунке 6.

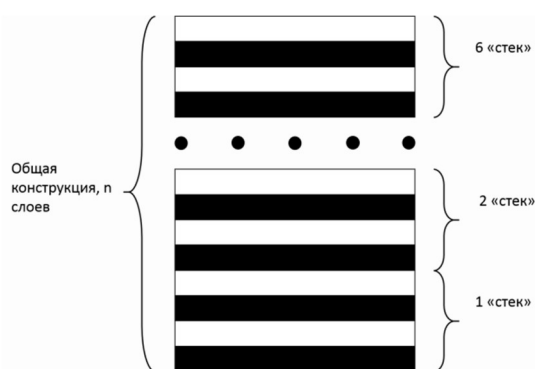


Рисунок 6. Применение чейнджера.

4. Результаты и обсуждения

Перед нами была поставлена задача по нанесению многослойного оптического покрытия на подложку для получения трехзонального интерференционного светофильтра. Эксперимент проводился при помощи вакуумной напылительной установки ВАК-760 с установленной системой ВВОМ. Было проведено несколько различных процессов как с применением чейнджера (рисунок 7), так и без него.



Рисунок 7. Внешний вид чейнджера.

По результатам эксперимента, были получены 2 светофильтра Фабри-Перо с шириной полосы пропускания по уровню 0.5 порядка 1 нм и центральной длиной волны равной 505 нм.

Спектральная зависимость пропускания покрытия, которое наносилось без чейнджера приведена на рисунке 8 справа, с чейнджером на рисунке 8 слева.

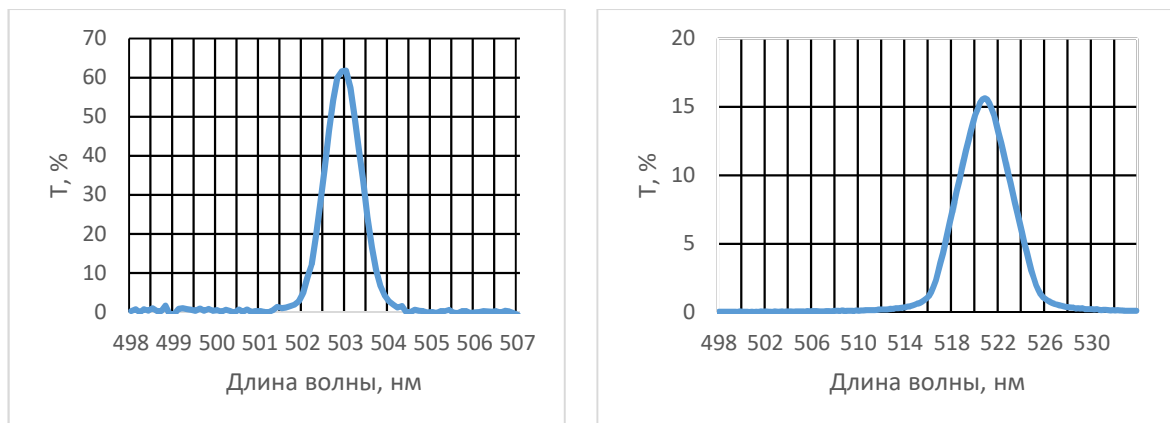


Рисунок 8. Сравнение спектральных зависимостей пропускания для покрытий, полученных с чейнджером и без него.

Как можно видеть из рисунков 8 – применение чейнджера существенным образом улучшило качество оптической конструкции.

Кроме того, в рамках эксперимента были получены оптические покрытия с применением ВВОМ и без применения ВВОМ. Сравнение спектральных характеристик пропускания приведены на рисунке 9.

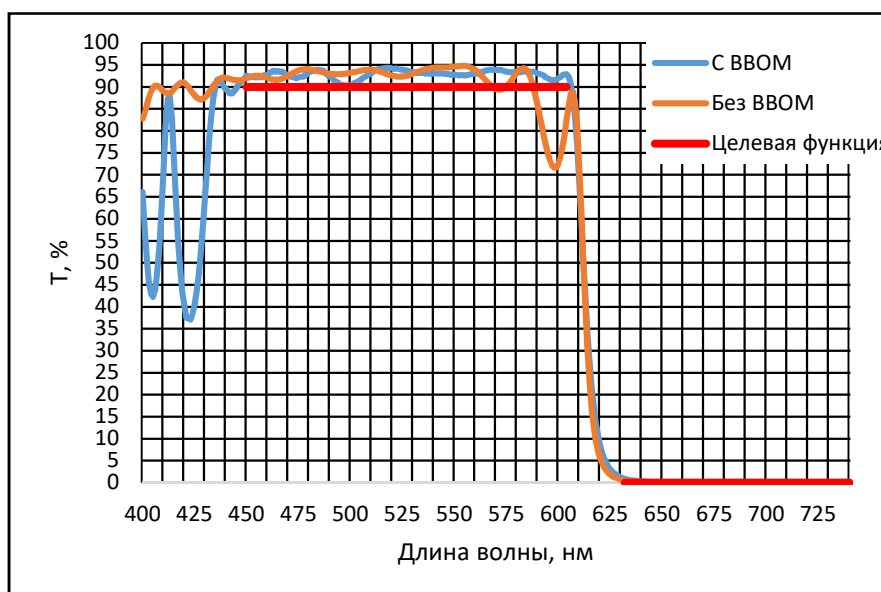


Рисунок 9. Спектральная зависимость пропускания без применения ВВОМ.

Как можно видеть из рисунка 9, применение ВВОМ также улучшает точность получения оптических интерференционных структур.

5. Выводы

Таким образом, в рамках данной работы была рассмотрена технология получения многослойных оптических тонкопленочных покрытий. На основании проведенных экспериментов можно делать следующие выводы:

- Процесс получения многослойных оптических покрытий (с числом слоев больше 50) – крайне трудоемкий и требующий высококачественного расчета оптических констант и оптимизации конструкции, в целом.
- Система контроля толщины наносимых оптических покрытий ВВОМ позволяет существенным образом повысить точность получения оптической конструкции, а также существенно снизить возможные погрешности в процессе нанесения покрытия.
- Применение чейнджера позволяет повысить общее число слоев, которое можно нанести на подложку, а также существенно улучшить оптические характеристики интерференционного покрытия.
- Совокупность всех факторов технологии получения многослойных оптических покрытий (с числом слоев больше 50) позволяет получать воспроизводимые от процесса к процессу интерференционные оптические покрытия.

Список литературы

- [1] Просовский Ю О., Буднев А Ю., Просовский О Ф., Исамов А Н 2021 *Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления: материалы Всероссийской научно-технической конференции* с. 161 – 171.
- [2] Prosovskii Y O., Prosovskii O F., Denisov D G., Budnev A Y. 2019 *Proc. of SPIE*. Vol. **11056** 110563Z-3.
- [3] Просовский О Ф., Буднев А Ю., Просовский Ю О., Денисов Д Г., Барышников Н В 2020 *Светотехника* №4 8796-805.
- [4] Prosovskii Y O., Prosovskii O F., Denisov D G., Metleva A P., Golubeva N A 2021 *Proc. of SPIE*. Vol. **11783** 117830O-10.

Динамика изменения давления в камере плазменного фокуса в течение высоковольтной тренировки

Ю В Михайлов, И А Прокуратов
ФГУП «ВНИИА им. Н.Л. Духова»

В работе проведено изучение динамики изменения давления рабочего газа в камере плазменного фокуса (ПФ) с электродами из бескислородной меди в составе импульсного нейтронного генератора ИНГ-102 (выход нейтронов $10^6 \div 10^7$ нейтр./имп с энергией 2,5 МэВ, длительность импульса нейтронов $10 \div 20$ нс). Камеры ПФ в составе генераторов являются газонаполненными приборами с диапазоном рабочих давлений изотопов водорода $5 \div 15$ Торр и с предварительной откачкой камер до уровня $10^{-6} \div 10^{-8}$ Торр.

В течение подготовки к работе камеры ПФ проходят серии высоковольтных (ВВ) тренировок при напряжениях до 18 кВ и амплитуде тока синусоидального разряда до 200 кА для очистки поверхностей и внутреннего объема камер ПФ от примесей, что в дальнейшем позволяет использовать их для генерации нейтронов. В данной работе приведены результаты экспериментальных исследований камеры ПФ с герметично встроенным манометром для контроля давления в камере ПФ в ходе ВВ тренировки. Показано, что в трёх последовательных сериях ВВ тренировки (по 15 срабатываний камеры ПФ в каждой серии) давление в камере ПФ повышается при каждом срабатывании в среднем на $(5 \div 10)$ мТорр. После окончания ВВ тренировки давление в камере ПФ перестает увеличиваться и в рабочем режиме с генерацией нейтронного излучения, наоборот, снижается. Снижение давления за одно срабатывание составляет $\Delta p = (5 \div 50)$ мТорр, причем наименьшее снижение $\Delta p = (5 \div 7)$ мТорр наблюдается при работе на чистом D_2 , а наибольшее при введении примесей тяжелых газов. Экспериментально обоснована достаточность проведения серий из трёх ВВ тренировок для ввода в рабочий режим камеры ПФ с электродами из бескислородной меди.

В камерах ПФ ФГУП «ВНИИА» используется блок генератора газа на основе титанового газопоглотителя, что позволяет использовать отпаянные конструкции камер ПФ с постоянным поддержанием давления в рабочем объеме камеры ПФ. В работе экспериментально показано, что эффект снижения давления после каждого срабатывания в камерах ПФ без данного блока генератора газа приводит к снижению выхода нейтронов более чем в два раза от номинального уровня примерно в течение 100 срабатываний камеры. При работе камер ПФ с блоком генератора газа, наоборот, наблюдается стабильная работа камер, относительное среднее квадратичное отклонение выхода нейтронов лежит на уровне 60 %. При этом камера ПФ с блоком генератора газа сохраняет работоспособность в течение более чем 1500 срабатываний.

Исследование текстуры пленок нитрида алюминия сформированных методом магнетронного распыления

В. И. Струнин^{1,2}, А. Г. Козлов^{1,2}, Н. А. Давлеткильдеев^{1,3}, Н. А. Чириков^{1,2}, Л. В. Баранова^{1,2}, А. Н. Байдаков², А. Ю. Куклев^{1,2}

¹ Омский научно-исследовательский институт приборостроения (Омск)

² Институт радиофизики и физической электроники ОНЦ СО РАН (Омск)

³ Омский научный центр СО РАН (Омск)

E-mail: alexanderkuklev@mail.ru

Аннотация. В работе представлены результаты измерения шероховатостей и продольного пьезомодуля d_{33} в пленках нитрида алюминия полученных методом вакуумного магнетронного распыления. Описаны структурные характеристики полученных пленок. Показано, что шероховатость полученных пленок снижается при использовании молибдена в качестве зародышевого слоя, а значения пьезомодуля d_{33} близки для обоих материалов.

1. Введение

В настоящее время очень актуальна проблема создания тонкопленочных резонаторов и резонаторов с акустическим Брэгговским отражателем, а также поиск пьезоэлектрических материалов с заданными физическими характеристиками, для их изготовления [1,2]. Наиболее популярными материалами являются пленки цирконат-титанат свинца (ЦТС), оксида цинка (ZnO) и нитрида алюминия (AlN).

Нитрид алюминия, ввиду ряда физических свойств является очень перспективным материалом для создания на его основе тонкопленочных микроакустоэлектронных устройств, поддерживающих стабильную работу на сверхвысоких частотах (СВЧ) в диапазоне 1–20 ГГц. Такими устройствами являются резонаторы на поверхностных (ПАВ) и объемных (ОАВ) акустических волнах.

Целью данной работы является исследование таких характеристик пленок AlN как шероховатость поверхности и значение пьезомодуля d_{33} в зависимости от материала зародышевого подслоя. Полученные результаты имеют практическую значимость для формирования тонкопленочных ОАВ-резонаторов на основе пленок AlN.

2. Методика эксперимента

Для формирования пленок в работе использовалась вакуумная установка нанесения многокомпонентных покрытий. Пленки AlN формировались на структуре подложка–Al/Mo. Данная структура была выбрана для оценки роста пленки AlN на подслоях алюминия (Al) и молибдена (Mo), которые обладают малым удельным электрическим сопротивлением и различными значениями акустического импеданса. Данные пленки легко изготовить методом магнетронного распыления. Ввиду этого данные материалы являются наиболее перспективными при изготовлении Брэгговского отражателя и электродов ОАВ-резонатора [3].

Формирование пленок AlN осуществлялось методом вакуумного магнетронного распыления металлической мишени в присутствии реактивных газов. Вакуумная камера предварительно откачивалась до давления $2 \cdot 10^{-4}$ Па. Процесс напыления пленок AlN осуществлялся на постоянном токе, при мощности 650 Вт и давлении 0,1 Па. Ситалловые подложки марки СТ-50 предварительно нагревались ИК-излучением до температуры 390 °С, которая поддерживалась с помощью ПИД регулятора. Толщина и скорость напыления пленок AlN контролировалась

резонансным методом с использованием датчика на основе кварцевого резонатора с чувствительностью 0,5 нм/с.

Пленка AlN № 1 формировалась на подслое Al, № 2 – на подслое Mo. Контроль толщины получаемых пленок осуществлялся с помощью микроинтерферометра МИИ-4.

Плѐнки AlN обладают спонтанной поляризацией и проявляют пьезоэлектрический эффект вдоль полярной оси С, поэтому интерес представляет формирование плѐнок AlN с ориентацией оси С перпендикулярно плоскости поверхности подложки [4,5]. Измерение шероховатости поверхности пленок AlN осуществлялось методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на микроскопе MFP-3D SA и определялась как среднеквадратичная высота неровностей профиля. Для измерения выбирались несколько участков поверхности, что позволило усреднить полученные результаты.

Значение пьезомодуля также определялось на микроскопе MFP-3D SA, методом силовой микроскопии пьезоотклика (СМП). Метод СМП основывается на обратном пьезоэлектрическом эффекте и заключается в том, что с использованием силового микроскопа пьезоотклика к пленке AlN прикладывается электрическое поле, что вызывает пьезоэлектрическую деформацию образца и позволяет определить поляризацию доменов [6].

Значение пьезомодуля в определенной точке вычисляли по формуле (1):

$$d_{33} = \frac{k \cdot A_B}{Q \cdot U_{AC}} \quad (1)$$

где k – характеристика зонда (нм/В), Q – добротность кантилевера, A_B – амплитуда напряжения приложенного поля на частоте контактного резонанса, U_{AC} – управляющее напряжение.

3. Результаты и обсуждения

В таблице 1 представлены результаты измерения пьезомодуля, значений S_a - средней шероховатости по профилю и S_q - среднеквадратичной шероховатости по профилю для различных областей поверхностей пленок.

Таблица 1. Результаты измерений в пленках AlN.

Пленка AlN	Подслой	Толщина, мкм	d_{33} , пм/В	S_a , нм	S_q , нм
№ 1	Al	1	1,547	16,61	21,15
№ 2	Mo	1	1,598	4,64	6,39

Исходя из измеренных значений шероховатостей, можно сделать вывод о том, что пленки AlN сформированные на подслое Al, имеют в разы большую шероховатость, чем пленки, выращенные на подслое Mo, что вероятно связано с малым коэффициентом несовпадения решеток AlN и Mo, а также схожими коэффициентами термического расширения [7].

4. Заключение

Исходя из результатов измерения шероховатости пленок, выращенных на электродах из Al и Mo, можно наблюдать меньшую шероховатость на подслоях из Mo. Она составила 21,15 нм и 6,39 нм для пленок толщиной 1 мкм, выращенных на подслоях Al и Mo, соответственно. Значение пьезомодуля d_{33} находится в одном диапазоне значений для двух различных материалов зародышевого слоя и составляет 1,547 пм/В для подслоя Al и 1,598 пм/В для подслоя Mo.

Полученные значения шероховатости и близкие значения пьезомодуля d_{33} оставляют перспективу использования Mo в качестве электродов OAB-резонатора, несмотря на большее значение удельного поверхностного сопротивления в сравнении с Al.

Благодарности

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 23-12-20010).

Список литературы

- [1] Разработка и исследование композитных акустических резонаторов со структурой “Al/(Al,Sc)N/Mo/Алмаз” с высокой добротностью на СВЧ // Б. П. Сорокина, А. С. Новоселова, Г. М. Квашнина, Н. В. Лупарева, Н. О. Асафьева, А. Б. Шипилова, В. В. Аксёненко. // АКУСТИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ, 2019, том 65, № 3, с. 325–331.
- [2] Получение и исследование тонких пленок нитрида алюминия-скандия в составе пьезоэлектрических слоистых структур с подложками из синтетического монокристалла алмаза // Н.В. Лупарев, Б.П. Сорокин, В.В. Аксененков // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2020. Т. 63. Вып. 12, с. 77–84. DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.6312.
- [3] Зима В. Н., Танская Т. Н., Козлов А. Г. Способ сглаживания поверхности пленки алюминия на диэлектрической подложке / Заявка: № 2014144670, 05.11.2014. Опубликовано: 28.04.2017 Бюл. № 13.
- [4] Струнин В. И., Баранова Л. В. Влияние технологических режимов плазмохимического осаждения на формирование структуры в пленках нитрида алюминия. V International scientific conference "Mechanical Science and Technology Update" 16-17 March 2021. Omsk, Russia.
- [5] Особенности получения пьезоэлектрических тонких пленок методом плазменного напыления из порошкообразного AlN // В.С. Фещенко, К.Н. Зяблук, Э.А. Сенокосов, В.И. Чукита, Д.А. Киселев. // Российский технологический журнал. 2020. 8(1): 67-79. DOI: 10.32362/2500-316X-2020-8-1-67-79.
- [6] Струнин В. И. [и др.]. Определение пьезомодуля (d33) тонких пленок нитрида алюминия методом измерения прямого и обратного пьезоэффекта. Радиофизика, фотоника и исследование свойств вещества [Электронный ресурс]: тезисы докладов II Российской научной конференции (Омск, 5–7 октября 2022 года). – Электрон. текст. дан. – Омск: ОНИИП, 2022. – 204-206 с.
- [7] Lee, J.-B., Jung, J.-P., Lee, M.-H., & Park, J.-S. (2004). Effects of bottom electrodes on the orientation of AlN films and the frequency responses of resonators in AlN-based FBARs. *Thin Solid Films*, 447-448, 610–614. DOI: 10.1016/j.tsf.2003.07.023.

Изготовление и исследование низкоплотных металлических материалов

Н А Пхайко, А Г Казаков, К В Сафронов, В Н Горнов, Л Е Пешкичева, С Н Пахомов, Е М Писарев

Госкорпорация «Росатом» ФГУП Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский Научно-Исследовательский Институт Технической Физики им. академика Е.И. Забабахина 456770, ул. Васильева, д. 13, г. Снежинск, Челябинская область, Россия

E-mail: dep5@vniitf.ru

Аннотация. Для экспериментов по взаимодействию лазерного излучения с веществом отработан способ изготовления низкоплотного материала из алюминия и меди методом резистивного распыления в среде инертного газа – аргона. Распыление производилось при двух давлениях газа: 40 Па и 440 Па. Плотности полученных образцов определялись весовым методом: масса напыленного слоя измерялась при взвешивании подложки до и после напыления, объем рассчитывался исходя из измерений толщины материала посредством оптического профилометра. Толщина напыленного слоя составляет $74,8 \pm 0,9$ мкм. Минимальная плотность была достигнута на образце пористого алюминиевого слоя, полученного при давлении 440 Па. Её значение составило (72 ± 4) мг/см³. По изображениям, полученным посредством сканирующего электронного микроскопа, установлено, что размеры пор в материале не превышают 3 мкм. Измерения химического состава рентгенофлуоресцентным спектрометром показали присутствие на образцах кислорода, что свидетельствует об окислении поверхностного слоя изготовленных образцов. Из полученных в работе образцов пористого алюминия были изготовлены мишени (2 шт.) для экспериментов по взаимодействию лазерного излучения с веществом.

1. Введение

Согласно данным, приведённым в работе [1], использование низкоплотных мишеней позволяет значительно увеличить выход рентгеновского излучения из лазерной плазмы. Настоящий доклад посвящен разработке технологии изготовления низкоплотных мишеней для экспериментов по получению мощных пикосекундных импульсов мягкого рентгена из лазерной плазмы. Для экспериментов на лазерной установке, характерные размеры пор и полостей материала мишени должны быть много меньше диаметра фокального пятна.

Таковыми характеристиками могут обладать пористые материалы, имеющие поры, глубина которых больше, чем их ширина, например металлические пенные материалы. Методы получения пористых металлов, описанные в литературе [2-5], позволяют получать материалы в широком диапазоне плотностей от 1,6 мг/см³ до 700 мг/см³. Однако при низкой плотности пенные материалы, полученные промышленными способами (матричный метод, диспергирование газа в расплав, метод спекания с использованием порофоров), обладают большими размерами пор от 100 до 3000 мкм, что является недопустимым для экспериментов по лазерному ускорению заряженных частиц.

Ультрадисперсные металлические пенные системы с наноразмерным диаметром частиц (до 200 нм) могут быть изготовлены испарением в установке термического испарения в среде инертного газа. Образующиеся в зоне испарения, преимущественно сферические частицы, в среде газа охлаждаются и конденсируются в виде кластеров на охлаждаемой подложке, образуя пористую структуру металла. В работе [5] охарактеризована форма и размер металлических

частиц, полученных при различных технологических параметрах. Для большинства материалов зарождение и рост частиц зародышей происходит в области над поверхностью металла, на подложку частицы переносятся конвективным потоком газа. При испарении металлов в атмосфере более тяжелых инертных газов (гелий<аргон<криптон) образуются более крупные частицы. Рост частиц прямо пропорционален давлению газа и возрастает экспоненциально с ростом температуры у источника испарения. Изменяя параметры технологического процесса можно получать структуры с размером частиц от 0,2 до 200 нм. За основу технологии изготовления лазерных мишеней взяты данные представленные в работе [6].

2. Описание техпроцесса изготовления пенометаллов

Для изготовления низкоплотных пенометаллов использовалась установка резистивного распыления УВН-2М, оснащенная системой газонапуска, для создания инертной атмосферы. В качестве рабочего газа использовался аргон, при давлении в рабочей камере 40 и 440 Па.

В качестве распыляемой навески использовались медь марки М1 (99,90% Cu) и алюминий марки АД1 (99,30 % Al).

Распыление меди велось из молибденовой лодочки, распыление алюминия — с вольфрамового проволочного испарителя.

В качестве подложки использовалась полоска из алюминиевой фольги, поверхность которой предварительно обезжиривалась. Рядом с подложками располагали свидетель, по которому определяли толщину нанесенного слоя.

В вакуумной камере свидетель и подложки закреплялись в подложкодержателе на одинаковом расстоянии от навески распыляемого материала. Рабочая камера откачивалась турбомолекулярным насосом до давления 10^{-3} Па. По окончании откачки камеру заполняли аргоном до рабочего давления 40 Па, либо 440 Па (в разных экспериментах). Контроль давления осуществлялся с помощью вакуумметра СС-10. После достижения рабочего давления внутри камеры установки проводили напыление пористого слоя металла. Процесс напыления велся до полного испарения навески. Термостабилизация образцов проводилась в течение 2 часов при давлении в рабочей камере 10^{-3} Па. После разгерметизации рабочей камеры, подложки и свидетель извлекали из подложкодержателя.

3. Исследование характеристик полученного материала

Основным параметром, определяющим качество изготовленной мишени, является ее плотность (не более 100 мг/см^3). Кажущаяся плотность учитывает массу единицы объема пенного материала вместе с порами и пустотами (мг/см^3). Массу напыленного слоя определяли разницей между массой свидетеля с напыленным слоем и массой свидетеля до напыления.

Для определения толщины покрытия острым ножом снималась часть покрытия в центральной части образцов. Высоту образовавшейся ступеньки измеряли с помощью оптического профилометра FRT MicroSpy. На рисунках 1 и 2 представлены профили ступенек медных и алюминиевых пен, полученных при разных давлениях аргона в рабочей камере.

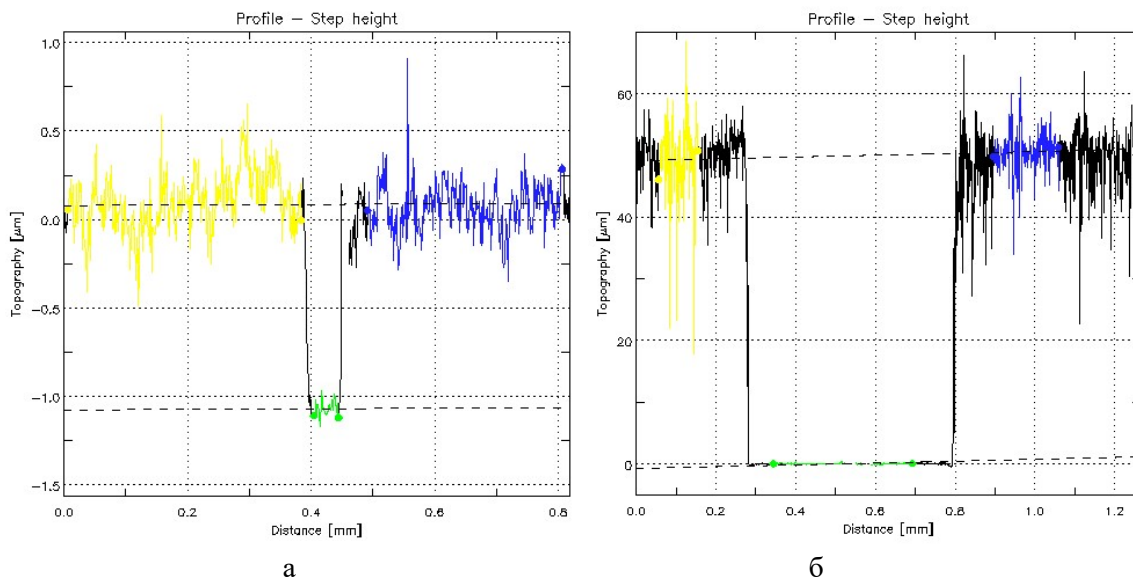


Рисунок 1. Профиль медного пенного материала, нанесенного при давлениях 40 Па (а) и 440 Па (б).

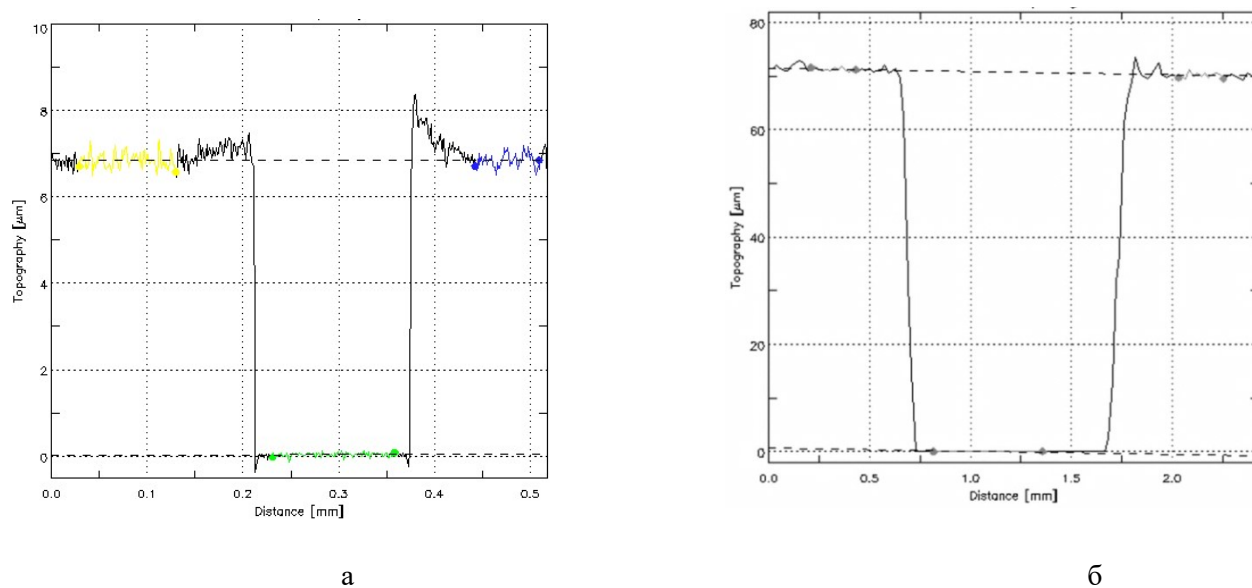


Рисунок 2. Профиль алюминиевого пенного материала, нанесенного при давлениях 40 Па (а) и 440 Па (б).

Результаты измерений и вычислений параметров пенного материала представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Обр.	Me	Давление, Па	Масса плёнки, мг	Толщина, мкм	Кажущаяся плотность, мг/см ³	Пористость, %

1	Al	40	$2,1 \pm 0,1$	$6,7 \pm 0,2$	800 ± 40	70
2	Al	440	$2,0 \pm 0,1$	$74,8 \pm 0,9$	72 ± 4	97
3	Cu	40	$1,5 \pm 0,1$	$1,2 \pm 0,3$	$3\ 400 \pm 200$	62
4	Cu	440	$4,1 \pm 0,1$	50 ± 4	214 ± 5	98

При низких давлениях рабочего газа (40 Па) образовывались более плотные плёнки. Образец пеноалюминия, изготовленный при рабочем давлении аргона 440 Па, обладает удовлетворительными характеристиками для создания лазерной мишени для экспериментов по получению мощных пикосекундных импульсов мягкого рентгена.

Исследование структуры и состава поверхностного слоя пены проводили методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) высокого разрешения с энергодисперсионным спектрометром. На рисунке 3 приведено изображение пеноалюминия, полученного при давлении 440 Па. Морфология материала представляет собой пену с наноразмерными цепочками частиц напыленного металла. Размер пор и полостей не превышает 3 мкм.

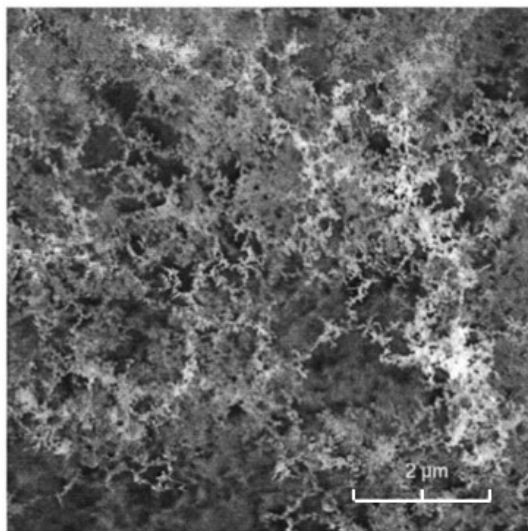


Рисунок 3. СЭМ изображение поверхности алюминиевой пены, полученной резистивным методом при 440 Па.

Состав и состояние поверхностного слоя частиц исследовали с применением рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). На рисунке 4 представлен рентгеновский спектр, полученный с поверхности алюминиевой пены.

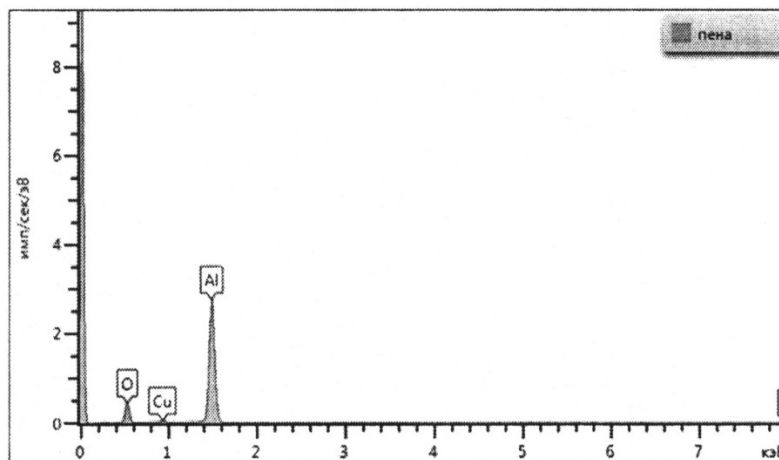


Рисунок 4. Рентгеновский спектр поверхности алюминиевой пены, полученной резистивным методом при 440 Па.

На рентгеновском снимке регистрируется пик, принадлежащий кислороду. Наличие кислорода на поверхности пенного материала связано с высокой химической активностью алюминия, приводящей к быстрому окислению структуры.

Таким образом, полученные образцы материалов представляет собой пену с наноразмерными частицами алюминия и оксида алюминия. Размер пор и полостей не превышает 3 мкм. Толщина лазерной мишени составляет $74,8 \pm 0,9$ мкм. Плотность пенного материала равна 72 ± 4 мг/см³, пористость – 97%. Из полученных в работе образцов пенного алюминия были изготовлены мишени для экспериментов по получению мощных пикосекундных импульсов мягкого рентгена из лазерной плазмы.



Рисунок 5. Внешний вид лазерных мишеней.

Заключение

Для экспериментов по получению из лазерной плазмы мощных пикосекундных импульсов мягкого рентгена, методом резистивного распыления в среде инертного газа, изготовлен металлический низкоплотный материал (72 ± 4 мг/см³). Весовым методом определена кажущаяся плотность, где толщину покрытия измеряли по профилю поверхности покрытия на свидетеле с помощью профилометра Micro Spy. Рассчитана пористость металлической пены. Удовлетворительными характеристиками для создания лазерной мишени обладает низкоплотный материал из пеноалюминия, нанесенный при 440 Па. Из данного материала изготовлены лазерные мишени. Структура пенного материала и толщина мишени исследована методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения с энергодисперсионным спектрометром.

Литература

- [1] G. Kulcsár, D. AlMawlawi, F. W. Budnik et al., Intense Picosecond X-Ray Pulses from Laser Plasmas by Use of Nanostructured “Velvet” Targets – Physical Review Letters – Vol. 84 – No 22 – 29.05.2000.
- [2] Крушенко Г.Г. Наноэкструзионная технология изготовления конструкционных алюминиевых профилей. / Г.Г. Крушенко, С.Н. Решетникова, Г.В. Двирный. – Исследования наукограда, 2016 – № 1-2 (16). – С. 46 – 50;
- [3] Назарова М.А.. Способы получения металлической пены // М.А.. Назарова, Г.А. Аминова, В.Г. Кузнецов // Вестник технологического университета, 2015. – Т. 18. – № 1. – С. 204-205.
- [4] ГоэлМ.Д. Взаимодействие ударной волны с металлической алюминиевой пеной с закрытой пористостью. / М.Д. Гоэл, Ф. Альтенфер, В.А. Матсагар, А.К. Гупта и др. – Физика горения и взрыва, 2015. – Т. 51, № 3. – С. 98 – 105.
- [5] Калиниченко. В.А. Способы получения вспененного алюминия, области его применения и ряд особенностей механической обработки // В.А. Калиниченко, А.С. Калиниченко. – БИТУ, 2005. – № 2 (34).- С. 164-169.
- [6] GranqvistC.G. Ultrafine metal particles // C.G. Granqvist, R.A. Buhrman. – Journal of Applied Physics,1976 – Vol. 47. – No.5. – p. 2200 – 2219.

Контроль уровня вакуума в изделиях микроэлектроники

С В Ермоленко

АО Омский научно-исследовательский институт приборостроения, Омск,
Россия

E-mail: e_s_v@list.ru

Аннотация. В данной статье рассмотрены вероятные причины изменения уровня вакуума и способ его контроля в герметизированном (изолированном) корпусе изделий микроэлектроники на примере изделий пьезотехники. Существует ряд способов контроля давления (уровня вакуума) в технике, но применение их в миниатюрных системах не оправдано, так как размер измерительной системы больше, чем исследуемое устройство. Тепловые датчики вакуума наиболее подходят для миниатюризации, так как имеют простую конструкцию.

1. Введение

Контроль уровня вакуума внутри корпуса является одним из ключевых аспектов в разработке и производстве изделий микроэлектроники. Например, всё больше изделий пьезотехники (кварцевые резонаторы, кварцевые монокристаллические фильтры, кварцевые генераторы) изготавливается в вакуумированных корпусах, где вакуум используется для создания чистой среды, а также в качестве теплоизоляции. Уровень вакуума влияет на качество и надёжность изделий пьезотехники, а также на производительность процессов их изготовления. Для изделий пьезотехники с уходом частоты более 10^{-6} Гц/год и сроком службы 5-10 лет изменение уровня вакуума внутри корпуса незначительно влияет на их параметры.

Основным изделиям пьезотехники чувствительным к уровню вакуума можно отнести прецизионные кварцевые резонаторы-термостаты (КРТ). Данные изделия пьезотехники состоят из корпуса, платы с системой подогрева и терморегулирования и пьезоэлементом (ПЭ). Изменение уровня вакуума влияет на ток системы подогрева, а это в свою очередь на стабильность частоты (старение). В работах [1, 2] представлены причины, способствующие увеличению старения кварцевых резонаторов.

В процессе проектирования прецизионных изделий пьезотехники со сроком службы до 25 лет необходимо учитывать не только герметичность корпуса, но и скорость натекания газов через стенки корпуса, а также внутреннее выделение/поглощение газов и протекание химических реакций. Данную информацию можно получить, исследовав материалы изделий пьезотехники в отдельности, однако это будет неполная информация, в комплексе процессы внутри герметизированного изделия микроэлектроники могут протекать произвольно.

Основными причинами, влияющими на уровень вакуума в процессе производства, эксплуатации и хранения изделий пьезотехники. Во-первых, выделение веществ из материала корпуса вследствие нагрева, деформации или из клея (компаунда) во время герметизации, флюса используемых при герметизации, в зависимости от способа герметизации изделий пьезотехники. Во-вторых, эмиссия веществ из применяемых материалов при изготовлении изделий пьезотехники. В-третьих, газопроницаемость корпуса.

2. Влияние способа герметизации на уровень вакуума внутри корпуса изделий пьезотехники

Процесс герметизации влияет на уровень вакуума и газовый состав внутри корпуса. Количество выделяемых веществ (газов, взвесей, аэрозолей, золь) зависит от способа герметизации. Выделившийся газ активно поглощается элементами конструкции изделия пьезотехники, а

также самим корпусом. Можно выделить несколько способов герметизации корпусов изделий микроэлектроники: пайка, приклейка, сварка (лазерная, давлением, контактная, ультразвуковая). Каждый способ герметизации имеет свои достоинства и недостатки. Для прецизионных изделий пьезотехники необходимо использовать сварку давлением в вакууме с предварительным отжигом для уменьшения количества остаточных газов и улучшения уровня вакуума внутри изделий пьезотехники, т.к. в процессе герметизации не происходит, нагрев корпуса, а только деформация в области сварки.

В статье [3] рассмотрено влияние лазерной сварки как способа герметизации изделий пьезотехники, в данном случае КРТ в металлостеклянном корпусе, на их долговременную стабильность частоты. В статье [4] рассмотрено применение металлостеклянных корпусов, герметизированных давлением и резистивной сваркой (разновидность контактной сварки). Из представленных данных можно сделать вывод, что способ герметизации в меньшей степени имеет значение, чем технология подготовки изделий к герметизации. Показано что предварительный отжиг изделий в вакууме перед герметизацией существенно снижает газовыделения внутри корпуса после герметизации. Чем выше температура и больше время предварительного отжига, тем меньше газовыделения из корпуса и элементов конструкции изделия пьезотехники.

Таким образом, процесс герметизации влияет лишь на первоначальный уровень вакуума, и большинство выделившихся веществ из зоны сварки перераспределяются и поглощаются элементами конструкции и корпуса.

3. Влияние материалов и технологии на уровень вакуума внутри корпуса изделия пьезотехники

В статье [5] представлены результаты по исследованию выделения/поглощения газов внутри корпуса КРТ в зависимости от применяемых материалов и технологии. Было собрано три группы макетов, которые имели различия по технологии крепления проводников от палаты с расположенными на ней элементами схемы и кварцевым пьезоэлементом к выводам корпуса. Первая группа макетов была собрана при помощи паяных соединений. Во второй группе часть паяных соединений замена на сварку. В третьей группе макетов все паянные соединения были заменены на клеевой монтаж. Оценка выделения/поглощения газа осуществлялась косвенным методом по изменению частоты пьезоэлемента, т.е. отслеживалось старение КРТ.

Суточное изменение частоты КРТ первой группы при ускоренном старении (выдержка герметизированных КРТ при температуре 100 °С) достигает 1 Гц в течение первых трех суток. В дальнейшем старение КРТ выходит на уровень $2 \cdot 10^{-8}$ (-0,2 Гц) в сутки. Изменение частоты КРТ определяют многие процессы, которые подробно описаны в работах [1, 2], например, релаксация напряжений на ПЭ, эмиссия веществ из припоев и клеев, различные реакции сорбции (C_xH_y , SnH_4 и другие). После термовакуумного отжига электронных изделий в корпусе основными компонентами остаточного газа являются H_2 и CO . Если принять, что среднесуточное понижение частоты на 0,2 Гц связано с адсорбцией молекул из газовой фазы на электроде ПЭ, то необходимое число сорбированных молекул водорода на электродах КРТ должно быть около $7 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$ [5]. Примем что давление в корпусе примерно равно $1 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$, и используя число Лошмидта, получим количество молекул газа при таком давлении, это примерно $3,5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-3}$. Таким образом, ни H_2 , ни CO , сорбируются напрямую на электродах КРТ, не сдвинут частоту КРТ на -0,2 Гц, т.е. к сдвигу частоты КРТ приводит адсорбция более тяжелых веществ (атомов, молекул, золь, паров и т.д.), в том числе посредством переноса атомов газообразных соединений водородом, путём образования летучих соединений. Известна реакция образования газообразных молекул SnH_4 при нагреве припоя ($Sn+Pb$) в присутствии кислотных остатков. Паяные соединения выполнялись с применением флюса ФДГл. Молекулы SnH_4 в вакууме сорбируются на поверхностях элементов внутри корпуса КРТ. Вероятно, эти молекулы сорбировались на позолоченных электродах рекомбинировали, освобождая молекулы H_2 . Атомы Sn образуют твёрдые растворы $AuSn_2$, $AuSn_4$, либо удерживаются на поверхности за счет сил

Ван-дер-Ваальса. Происходит обратное восстановление водорода в объёме, способного к новому захвату и переносу Sn (Pb) на электроды. Таким образом основными процессами, влияющими на газообмен в корпусе и на стабильность частоты КРТ, являются выделение и рекомбинация молекул SnH₄. Кроме того гальваническое золото на электродах ПЭ активно сорбирует остатки органики (C_xH_y и др.), которые могут длительное время выделяться в вакуум из клея, керамики и даже металла.

Суточное старение КРТ второй группы где часть паяных соединений было заменено сваркой уменьшилось в 20-40 раз. В составе кварцевых генераторов на 10 МГц величина относительной нестабильности частоты за сутки не больше $\pm 5 \cdot 10^{-9}$ [3]. Генераторы после прогона в течение месяца имеют нестабильность $(+3,1 \cdot 10^{-5}) \dots (-1,77 \cdot 10^{-4})$ ppm за сутки.

На плате КРТ второй группы остались паяные соединения, которые при периодических отжигах в вакуумной печи образуются окислы SnO₂. Эти окислы вступают в реакции с H₂. Большая часть молекул водорода связывается в реакциях восстановления с малым выходом газообразного SnH₄. Кроме того, полупроводниковый оксид SnO₂ при повышении температуры адсорбирует газовые молекулы, например, CO, H₂, H₂S, C₃H₁₀, C₂H₅OH. Образование пленок SnO₂, и их перенос на ПЭ резонатора могут быть причиной долговременного старения, учитывая периодические нагревы и охлаждения КРТ. При этом происходит газообмен внутри корпуса и релаксация пленочных структур электродов ПЭ. Однако, сравнение относительной нестабильности частоты в КРТ первой и второй групп показывает, что газообмен с участием диоксида олова составляет только $\sim 2,5-5\%$ [5].

В КРТ третьей группы, где все пайки были заменены на клеевой монтаж токопроводящим клеем ТОК-2 и сварку, показали относительное изменение частоты в течение месяца $(1,36 \dots 2,46) \cdot 10^{-4}$ ppm. Через полгода суточное изменение частоты достигло $(2,9 \dots 3,5) \cdot 10^{-6}$ ppm. В среднем наблюдается четырехкратное уменьшение изменения частоты по сравнению с макетами второй группы. Можно предположить, что газовыделения внутри корпуса уменьшилось, в том числе выделение водорода из элементов КРТ.

Использование только клеевого монтажа неспособно уменьшить старение КРТ, так как из клеевых соединений в вакууме происходит выделение летучих компонентов данный аспект рассмотрен в работе [6]. В ней показано, что парциальное давления углеводородов через 10 лет не превышает 10^{-4} Па, но при этом в изделии микроэлектроники был использован геттер, авторы предполагают, что кроме углеводородов внутри корпуса нет других газов. На основании этого приходят к выводу что высокотемпературный вакуумный отжиг позволяет снизить количество выделяемых углеводородов, и делают заключение об возможности использования эпоксидных клеев при изготовлении высоковакуумного изделия микроэлектроники со сроком службы более 10 лет и уровнем вакуума внутри корпуса не выше 10^{-4} Па.

В ТУ 11-90 [7] на клей марки ТОК-2, который использовался для изготовления образцов третьей группы нет данных о выделении летучих компонентов, однако указаны массовая доля ионных примесей: Cl⁻, SO₄⁻, Na⁺, K⁺ и потеря в массе после выдержки при температуре 125 °С в течении 24 часов (после предварительной термообработки при температуре 250 °С в течении 2 часов при вакууме 0,08 МПа). Потеря в массе составляет 0,24 %.

Таким образом, для уменьшения газовой выделений внутри корпуса при изготовлении изделий пьезотехники с помощью клеевых соединений необходимо и достаточно производить вакуумный отжиг перед герметизацией при температурах выше 150 °С, что подтверждается в работах [3, 4, 5, 6, 8].

4. Газопроницаемость корпусов изделий пьезотехники

Важным механизмом изменения уровня вакуума внутри корпуса изделий пьезотехники является проникновение газов из внешней среды через корпус, этот механизм обусловлен газопроницаемостью материала корпуса. Герметичность вакуум-плотных корпусов проверяют при помощи гелиевого течеискателя и уровень течи металлостеклянных корпусов по гелию порядка $1 \cdot 10^{-11} \dots 1 \cdot 10^{-12}$ Па*м³/с. Основной вклад в натекание по гелию в данном типе корпусов

оказывает стеклоспай. Так же в атмосфере присутствует водород, который активно проникает во внутренний объём изделий микроэлектроники. В работе [9] представлен график газопроницаемости различных материалов для паров воды. Таким образом, при проектировании и производстве изделий микроэлектроники со сроком службы до 25 лет необходимо учитывать газопроницаемость корпуса и отслеживать изменение уровня вакуума внутри корпуса.

5. Использование геттеров для поддержания уровня вакуума внутри корпуса изделия пьезотехники

Для современных изделий пьезотехники всё больше характерно применение геттеров для поддержания постоянного уровня вакуума внутри их корпуса. Температура активации геттеров находится выше 400 °С, что неприемлемо для некоторых изделий пьезотехники в том числе изделий пьезотехники, т.к. применяются материалы с меньшими температурами эксплуатации, такими как эпоксидные клеи и мягкие припои. Существует ряд конструкторских решений для преодоления данного температурного барьера, одно из них широко применяется при изготовлении МЭМС структур, когда геттер располагают отдельно на крышке, которая подвергается нагреву до температуры его активации при этом сама МЭМС структура подвергается более низким температурам и они расположены в одной вакуумной камере, т.е. используется двузонная печь. После процесса отжига и активации геттера происходит герметизация МЭМС структуры. Герметизация может происходить сваркой, приклейкой или пайкой всё зависит от корпуса, а также используемого оборудования. Оборудование также вносит свой вклад в состав остаточных газов, если в вакуумной камере расположены сложные манипуляторы, направляющие, которые необходимо смазывать смазками с низким давлением паров, но пары смазок будут присутствовать в остаточных газах и внутри герметизируемого изделия. При герметизации пайкой используют флюсы газообразные (форм газ) или аэрозольные (муравьиная кислота с газом носителем аргон или азот). Данные флюсы активно взаимодействуют с элементами конструкции изделий микроэлектроники, в том числе корпусом и остаются в герметизированном объёме, причём часть флюсов поглотится геттером, а часть элементами конструкции изделия микроэлектроники и будет медленно влиять на процессы, протекающие в герметизированном корпусе.

В кварцевых резонаторах-термостатах (КРТ) также применяют геттеры для поддержания высокого уровня вакуума [10]. Обычно, это в геттер с внутренним подогревом, который расположен таким образом, чтобы при активации не перегреть элементы конструкции и не ухудшить параметры резонатора-термостата. Объём такого резонатора-термостата достигает 2,5 см³, что для современной аппаратуры является неприемлемыми. Процесс миниатюризации изделий микроэлектроники приводит к отказу от габаритных элементов, в том числе от геттеров. Отметим, что в настоящее время ведутся разработки компактных плёночных геттеров [11], но они пока обладают низкой эффективностью. Недостатком геттеров также является их низкая эффективность при поглощении углеводородов.

6. Контроль уровня вакуума внутри корпуса изделия пьезотехники

Контроль газовой выделенности внутри изделий пьезотехники можно производить, прокалывая герметизированный корпус в вакуумной камере, подключённой к масс-спектрометру [12, 13]. Таким образом можно примерно оценивать давление внутри корпуса, а также газовый состав, исключая данные о динамике газовой выделенности.

Для изучения динамики газовой выделенности в КРТ была изготовлена его модель (пробник), состоящая из корпуса, на котором закреплены держатели платы, плата с резистором и терморезистором [4, 5, 8], в данной модели применяются такие же материалы что и при изготовлении КРТ. Такую использовали для измерения динамики изменения уровня вакуума в корпусе КРТ.

Терморезистор использовался для контроля температуры на плате для поддержания её постоянной во времени. Фактически контролировалась мощность, потребляемая платой, которая

расположена на держателях, имеющих малую теплопроводность. При изменении уровня вакуума внутри корпуса будет изменяться потребляемая мощность. Предварительно пробники калибруются в вакуумной установке, и при разном давлении определяется мощность, потребляемая платой. Далее пробник проходит весь цикл подготовки КРТ к герметизации и герметизируется в вакууме. Уменьшение потребляемой мощности свидетельствует о процессе поглощения газов элементами контракции, так как в процессе подготовки пробников они подвергались вакуумному отжигу. Далее потребляемая мощность постепенно начинает расти вследствие процессов выделения газов из клея и общего газообмена.

Данные пробники позволяют изучить динамику выделения/поглощения газов внутри корпуса и таким образом контролировать уровень вакуума. Пробник можно подвергать изменению внешней температуры, а также проводить ускоренное старение, выдерживая пробник при повышенных температурах, вследствие чего можно ускорить газообмен внутри корпуса и наблюдать изменения уровня вакуума в течении времени (сутки, неделю, месяц). Таким образом можно ускорить получение информации по динамике изменения уровня вакуума внутри корпуса КРТ.

Можно упростить конструкцию пробника оставив лишь небольшую плату с напылённым резистором. Получившийся упрощённый пробник датчик вакуума можно расположить внутри исследуемого корпуса или исследуемого КРТ. Датчик вакуума состоящий из диэлектрической подложки с напылённым резистором из металла с большим температурным коэффициентом сопротивления, так чтобы при небольшом изменении температуры происходило большое изменение сопротивления резистора, в нашем случае был выбран никель с температурным коэффициентом сопротивления $0,0068 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ и держателем с большим коэффициентом теплопроводности, например, нихром. Датчик размещался в корпусе КРТ в свободном месте и подключался вместо электродов пьезоэлемента таким образом, чтобы система нагрева и поддержания температуры пьезоэлемента была работоспособна. Производилось тарирование датчика в вакуумной установке. После герметизации макет КРТ с датчиком исследовали на изменение уровня вакуума в герметизированном вакуумированном корпусе. К выводам корпуса датчика подключалась простая схема, состоящая из источника тока и амперметра. Установлено, что при включении системы подогрева пьезоэлемента КРТ происходит изменение давления внутри корпуса макета КРТ вследствие увеличения газовой выделению из элементов конструкции КРТ которая разогревается до $80 \text{ } ^\circ\text{C}$, давление внутри корпуса становится порядка $1 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$, но в течении некоторого времени порядка часа давление снижается. Данное изменение давления не оказывает влияния на изменение тока системы подогрева пьезоэлемента, но существенно может повлиять на долговременную стабильность частоты КРТ.

7. Заключение

В результате рассмотрения всех механизмов, влияющих на изменения уровня вакуума внутри корпуса изделий пьезотехники, основным механизмом изменения уровня вакуума является газовыделение из элементов конструкции КРТ. Управлять уровнем вакуума в герметизированном изделии пьезотехники можно применяя различные геттеры, но они не эффективны при наличии углеводородов поэтому необходимо совместно с геттерами применять катализаторы для разложения углеводородов.

Использование масс-спектрометрического метода позволяет определить лишь газовый состав, но не даст информации о давлении, в том числе о динамике уровня вакуума при изменениях внешней температуры.

Применение терморезисторного датчика вакуума, позволит более детально изучить процессы выделения/поглощения газов внутри герметизированного корпуса, особенно динамику изменения уровня вакуума в рабочем режиме в изделиях микроэлектроники. А современные технологии изготовления изделий микроэлектроники позволят миниатюризировать подобный датчик вакуума для применения для любых габаритов корпусов. Эти данные необходимы для построения новых вакуумированных изделий микроэлектроники со сроком службы до 25 лет.

Данная технология может быть использована для изучения поглощающих свойств плёночных геттеров, вследствие их низкой активности необходимо уменьшить объём где они будут исследованы. Поэтому самое оптимальное, использовать корпуса изделий микроэлектроники для оценки эффективности работы геттеров.

Список литературы

- [1] John R Vig and Thygve R Meeker 1991 *FORTY-FIFTH ANNUAL SYMPOSIUM ON FREQUENCY CONTROL* 77-101.
- [2] Bernd W Neubig 1996 *IEEE INTERNATIONAL FREQUENCY CONTROL SYMPOSIUM* 316-22
- [3] Карагузов В И 2016 *Техника радиосвязи* Вып. 4 (31) 84-91.
- [4] Бахтинов В В, Петриди Д И и Ярош А М 2007 *Техника радиосвязи* Вып. 12 102-7.
- [5] Ярош А М, Ложникова Т В, Ермоленко С В и Паленова А С 2017 *Сборник докладов РЭиС-2017* 467-71.
- [6] Матвеев В А, Басараб М А, Крейсберг В А, Лунин Б С и Захарян Р А 2014 *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана Сер. «Приборостроение»* №4 113-22.
- [7] ТУ 11-90 ФГУП НИИЭМ.
- [8] Ермоленко С В, Петриди Д И и Ярош А М 2009 *Техника радиосвязи* Вып. 14 116-20.
- [9] Скупов А 2016 *ВЕКТОР высоких технологий* №3 16-22.
- [10] Ложников А О 2022 *Сборник докладов РФиВ-2022* 197-8.
- [11] Баринов И Н, Цибизов П Н и Кривулин Н П 2008 *Труды Международного симпозиума «Надёжность и качество»* Вып. 1 501-03.
- [12] Белоусов К А, Струнин В И и Худайбергенов Г Ж 2017 *Сборник докладов РЭиС-2017* 479-83.
- [13] ОСТ 11 073.013-2008.

Вакуумные измерения

Проблемы метрологического обеспечения крупногабаритных имитаторов солнечного излучения для термовакуумных испытаний

А А Шевчук^{1,2}, О В Пастушенко¹, В В Двирный^{1,2} и А К Шаров¹

¹Акционерное общество «Информационные спутниковые системы» имени академика М.Ф. Решетнева», 662972, Железногорск, Красноярский край, РФ

²СибГУ имени академика М.Ф. Решетнева, 660037, Красноярск, РФ

E-mail: shevchukaa@iss-reshetnev.ru

Аннотация. При наземной экспериментальной отработке автоматических космических аппаратов в вакууме имитируют тепловое излучение Солнца. Рассмотрены недостатки и ограниченность методов, применяемых для подтверждения характеристик крупногабаритных отечественных имитаторов солнечного излучения. Предложены альтернативные методы и средства контроля и измерения в условиях вакуума и экстремальных температур.

1. Введение

Известно, что между объектами в условиях вакуума, в крайне разреженной газовой среде, преобладает лучистый вид теплообмена. При орбитальной эксплуатации автоматического космического аппарата (КА) внешними факторами, определяющими его тепловое состояние, являются тепловое излучение Солнца, а также отраженное и собственное тепловое излучение Земли. Для верификации математической модели системы терморегулирования КА в ходе его наземной экспериментальной отработки проводят термовакуумные испытания (ТВИ) с имитацией условий вакуума и экстремальных или близких к ним прогнозируемых значений температуры. Тепловое излучение Солнца имитируют искусственными источниками, формирующими спектр и интенсивность внеатмосферного (также – АМ0, англ. Air Mass 0) солнечного излучения [1].

К основным характеристикам отечественных крупногабаритных имитаторов солнечного излучения (ИСИ) для ТВИ КА в настоящее время предъявляются следующие требования:

- уровень энергетической освещенности (ЭО): 1340 – 1440 Вт/м²;
- неравномерность ЭО в пределах рабочего поля ИСИ: до 15 %;
- непараллельность потока излучения: до 4 °;
- спектральное распределение, близкое к солнечному, в диапазоне 200 – 2000 нм [2].

2. Актуальность проблемы

Соответствие характеристик оборудования ИСИ предъявляемым требованиям в обязательном порядке требует подтверждения.

На сегодняшний день характеристики ИСИ для ТВИ КА не регламентируются государственными стандартами. Для обеспечения высокой достоверности ТВИ крайне актуальны как стандартизация существующих, так и разработка новых методов и средств измерения или контроля основных характеристик имитируемого солнечного излучения.

3. Уровень и неравномерность энергетической освещенности

Уровень и неравномерность ЭО крупногабаритных ИСИ для ТВИ КА в пределах рабочего поля значительных размеров контролируют устройствами сканирования рабочего поля (УСРП).

УСРП в общем случае представляет аппаратно-программный комплекс, состоящий из:

- измерительных радиометров – приборов для определения уровня ЭО по интенсивности принимаемого излучения;
- механического устройства в виде двух – или трехкоординатного планшета для перемещения рейки с измерительными радиометрами в рабочем поле ИСИ;
- систем измерения и управления, источников питания, кабельной сети;
- специализированного программного обеспечения.

При сканировании рабочего поля измерительные радиометры - как правило, кремниевые фотоэлектрические преобразователи (ФЭП), с равномерным шагом размещенные на рейке в направлении одной из координатных осей рабочего поля, перемещают в направлении другой оси. Значение непараллельности потока излучения ИСИ определяют сканированием рабочего поля, как минимум, в двух плоскостях - смещением по третьей координатной оси в направлении потока излучения.

Доверительные границы погрешности измерения ЭО одного из лучших отечественных измерительных ФЭП, КФЛП-3, при температуре 25 °С и освещении его эталонным излучением условий АМ0 составляют $\pm 4,3\%$. Однако кремниевые ФЭП спектрально селективны, а диапазон их чувствительности находится в области 400 – 1100 нм. Кроме этого, показания кремниевых ФЭП зависят от их рабочей температуры, которая при нагреве излучением ИСИ достигает высоких значений. Поэтому в реальных условиях ТВИ точность измерения кремниевыми ФЭП намного хуже и зависит от качества применяемых методов коррекции. При этом коррекция спектрального несоответствия требует трудоемкого измерения фактического спектра ИСИ и не обеспечивает точности измерения ЭО за пределами узкой области спектральной чувствительности ФЭП.

Более подробно проблемы измерения ЭО кремниевыми ФЭП и альтернативные средства измерения на примере отечественного теплового радиометра ФОА 020 рассмотрены в [3].

Тепловой радиометр ФОА 020 требует только коррекции температурной зависимости по приведенной в паспорте прибора формуле, с учетом показаний встроенного температурного датчика и калибровочных коэффициентов. В то же время измерение тепловыми радиометрами динамически изменяющегося уровня ЭО в УСРП требует учета времени их тепловой инерции, необходимого для назначения оптимального времени шага измерительной рейки.

В ходе экспериментального определения авторами времени тепловой инерции радиометра ФОА 020 на прибор подавалось излучение различных стабилизированных уровней ЭО. Для контроля нулевого уровня излучение периодически перекрывалось зеркальной заслонкой. В ходе всех измерений по мере роста температуры прибора, одновременно с увеличением показаний датчика температуры R , хорошо заметен нарастающий дрейф нуля (рисунок 1, а). При большом отрицательном градиенте ЭО выходное напряжение радиометра U становится отрицательным и определенный с использованием паспортной формулы уровень ЭО q приобретает несуществующее отрицательное значение. Относительная погрешность измерений составила $\pm 7,8\%$, что не соответствует минимальному значению ряда точности 3 при требуемой точности имитации уровня ЭО в пределах $\pm 15\%$.

Проблема измерения динамически изменяющихся уровней ЭО решена одним из двух или комбинацией следующих способов:

- принудительной термостабилизацией корпуса теплового радиометра;
- периодическим чередованием нагрева и остывания корпуса теплового радиометра физическим прерыванием (модуляцией) принимаемого потока теплового излучения.

Погрешность измерений при модуляции (рисунок 1, б) не превысила 4%. Оптимальное время модуляции и время тепловой инерции определены равными 10 с.

Таким образом, применение тепловых радиометров в УСРП позволит измерять уровень и неравномерность ЭО в пределах рабочего поля, а также непараллельность потока излучения с более высокой точностью и во всем спектральном диапазоне ИСИ.

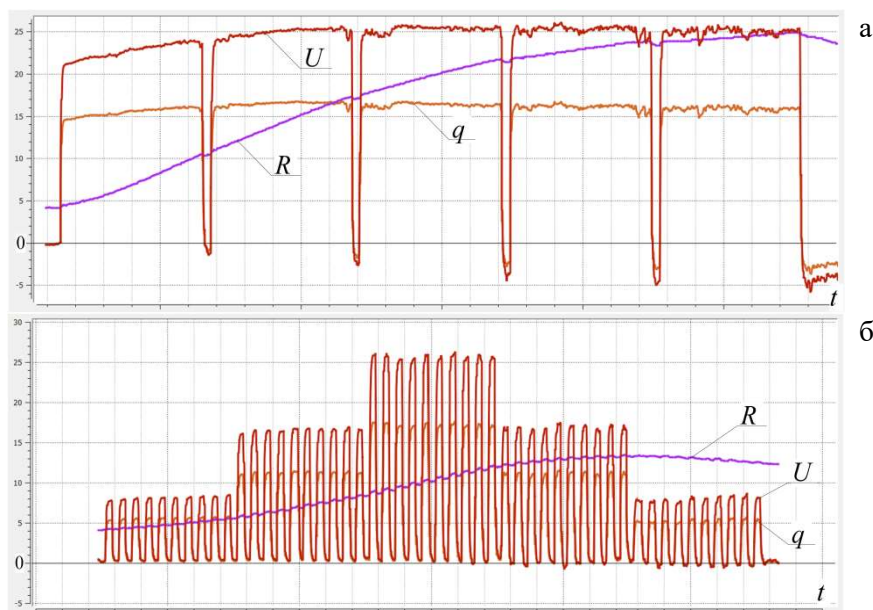


Рисунок 1. Измерение тепловым радиометром ФОА 020 уровня ЭО 1500 Вт/м² без модуляции и термостабилизации (а); трех уровней ЭО 500, 1000, 1500 Вт/м² с модуляцией принимаемого излучения (б).

4. Спектральные характеристики

В части контроля спектральных характеристик ИСИ для ТВИ КА не существует как единой методики оценки спектрального соответствия, так и отечественных средств контроля или измерения спектрального распределения, работающих непосредственно в условиях ТВИ. Как правило, близкий к внеатмосферному спектру Солнца спектр традиционно применяемых в ИСИ газоразрядных ламп принимается «как есть».

В абсолютном большинстве случаев в конструкции КА используют спектрально селективные материалы и покрытия. При этом величина спектральной погрешности поглощения поверхностью КА теплового потока $\Delta \bar{A}_S$ определяется спектральным распределением ИСИ и спектральной поглощательной способностью облучаемой поверхности КА [4]:

$$\Delta \bar{A}_S = \frac{A_{ИСИ} - A_S}{A_S}, \quad (1)$$

$$A_S = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} A_\lambda \bar{I}_{\lambda,S} d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \bar{I}_{\lambda,S} d\lambda}, \quad A_{ИСИ} = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} A_\lambda \bar{I}_{\lambda,ИСИ} d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \bar{I}_{\lambda,ИСИ} d\lambda}, \quad (2, 3)$$

где A_S и $A_{ИСИ}$ – поглощательная способность поверхности КА при облучении АМ0 и ИСИ соответственно; λ_1 и λ_2 – длины волн границ спектрального диапазона ИСИ, A_λ – спектральная поглощательная способность материалов и покрытий КА; \bar{I}_λ – спектральная интенсивность.

Приведенные в работе [4] данные говорят о том, что погрешность A_S при применении ксеноновых газоразрядных ламп для многих используемых в КА материалов не только велика, но и имеет отрицательный знак. Это говорит о том, что в реальных условиях эксплуатации величина ЭО поглощаемого поверхностью КА излучения Солнца будет выше, чем при ТВИ.

Таким образом, для оценки и обеспечения спектральной точности имитируемого излучения необходимы методика и средства контроля или измерения спектральных характеристик ИСИ.

Рассмотрим наиболее близкий действующий ГОСТ 60904-9 (IEC 60904 part 9), регламентирующий методы измерения световых характеристик ИСИ условий АМ1,5 для испытания наземных солнечных ФЭП. Согласно ГОСТ 60904-9, спектральный диапазон ИСИ 400 ... 1100 нм разбивают на шесть поддиапазонов и определяют вклад интегрированного значения ЭО каждого поддиапазона в общее значение ЭО всего ИСИ. Рассчитывают значения спектрального соответствия указанных шести поддиапазонов как отношение полученных значений вкладов к аналогичным, известным значениям вкладов для реального солнечного спектра АМ 1,5. Определяют класс спектрального соответствия ИСИ по наихудшему значению

спектрального соответствия для всех шести отдельных поддиапазонов. Для высшего класса А значение спектрального соответствия должно находиться в пределах 0,75 - 1,25, для класса В – в пределах 0,6 - 1,4; для класса С - в пределах 0,4 - 2,0.

По нашему мнению, данная методика корректна и может быть принята за основу для определения спектрального соответствия ИСИ для ТВИ КА с учетом следующих изменений:

- наземные солнечные ФЭП крайне чувствительны к спектру принимаемого излучения. Для оценки теплового воздействия ИСИ на КА классы спектрального соответствия А и В избыточны и критерием соответствия может быть принят начальный класс С;
- узкий спектральный диапазон 400 – 1100 нм соответствует границам спектральной чувствительности солнечных ФЭП. Тепловое воздействие Солнца на КА следует оценивать в расширенном в инфракрасной области диапазоне - как минимум, до 2000 нм [2, 4];
- при расчете спектрального соответствия следует использовать значения вкладов спектральных поддиапазонов известного внеатмосферного спектра Солнца условий АМ0. Таким образом, предложена следующая методика определения спектрального соответствия:
- спектральный диапазон ИСИ 400 - 2000 нм разделяют на восемь отдельных поддиапазонов. Вклады ЭО каждого поддиапазона в общую ЭО всего диапазона рассчитывают в соответствии с описанием внеатмосферного спектра АМ0 в международном стандарте ASTM E490-2022, спектральное соответствие – аналогично ГОСТ 60904-9.
- условием подтверждения спектрального соответствия ИСИ считают значения спектрального соответствия всех восьми поддиапазонов, не выходящие за пределы 0,4 – 2,0.

Пользуясь предложенной методикой, определим спектральное соответствие газоразрядных ксеноновых ламп XBO 10000 W/HS OFR производителя OSRAM, применяемых в ИСИ для ТВИ КА. Значения спектрального соответствия всех восьми поддиапазонов находятся в пределах 0,6 – 1,7 (табл. 1); условие спектрального соответствия ИСИ выполняется. Интересно отметить, что при оценке согласно ГОСТ 60904-9 спектральное соответствие газоразрядных ксеноновых ламп соответствовало бы только начальному классу точности С.

Таблица 1. Вклады спектральных поддиапазонов спектров АМ0 и ламп OSRAM XBO.

Вклады ЭО поддиапазонов в ЭО всего спектра	Поддиапазон, нм								Всего 1400-2000
	400-500	500-600	600-700	700-800	800-900	900-1100	1100-1400	1400-2000	
Спектр АМ0, %	15,8	15,7	13,5	10,8	8,7	12,7	11,8	11,0	100
OSRAM XBO, %	10,8	10,1	9,5	9,4	15,2	20,3	11,2	13,5	100
Соответствие АМ0	0,7	0,6	0,7	0,9	1,7	1,6	0,9	1,2	0,6-1,7

5. Пути решения проблемы

Используя результаты эксперимента и предложенную методику, становится возможным измерять или контролировать основные характеристики ИСИ для ТВИ КА единым типом средств измерения – линейными и спектрально неселективными во всем требуемом диапазоне длин волн тепловыми радиометрами. Так, для контроля спектральных характеристик непосредственно в условиях ТВИ авторами предложено простое устройство на основе отечественного теплового радиометра ФОА 020 (№ в ГРСИ 86666-22). Упрощенная схема устройства показана на рисунке 2. В термоизолированном корпусе с нагревательным элементом установлены тепловой радиометр и шаговый электродвигатель, вращающий диск с восемью полосовыми дихроичными (интерференционными) фильтрами, пропускающими излучение на радиометр точно в требуемом, одном из восьми, поддиапазоне длин волн. Диск имеет шестнадцать положений – восемь основных, соответствующих указанному полосовым фильтрам, и восемь промежуточных для прерывания (модуляции) принимаемого излучения. В каждом основном положении диска выходным сигналом прибора является готовое интегрированное

значение ЭО одного из восьми поддиапазонов. Значения вкладов всех поддиапазонов определяются полным оборотом диска по простой формуле:

$$K_N = \frac{E_N}{\sum_{i=1}^8 E_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где K_N – значение вклада спектрального поддиапазона N , %; N – номер спектрального поддиапазона (табл. 1) и основного положения диска от 1 до 8; E_N – показания прибора (интегрированное значение ЭО) в спектральном поддиапазоне N , Вт/м².

Устройство для измерения уровня ЭО отличается тем, что диск содержит только одно, оптически прозрачное во всем диапазоне длин волн окно для модуляции принимаемого излучения, и используется в составе УСРП для измерения уровня, неравномерности ЭО и непараллельности потока излучения ИСИ аналогично измерительным ФЭП.

Отметим, что устройство для контроля спектрального соответствия также может использоваться в составе УСРП. В этом случае контролируется еще одна характеристика – спектральная неравномерность, источниками которой могут быть неравномерная деградация или загрязнение продуктами газовой выделенной от объекта испытаний оптических элементов ИСИ в термовакуумной камере, например, коллимирующих зеркал.

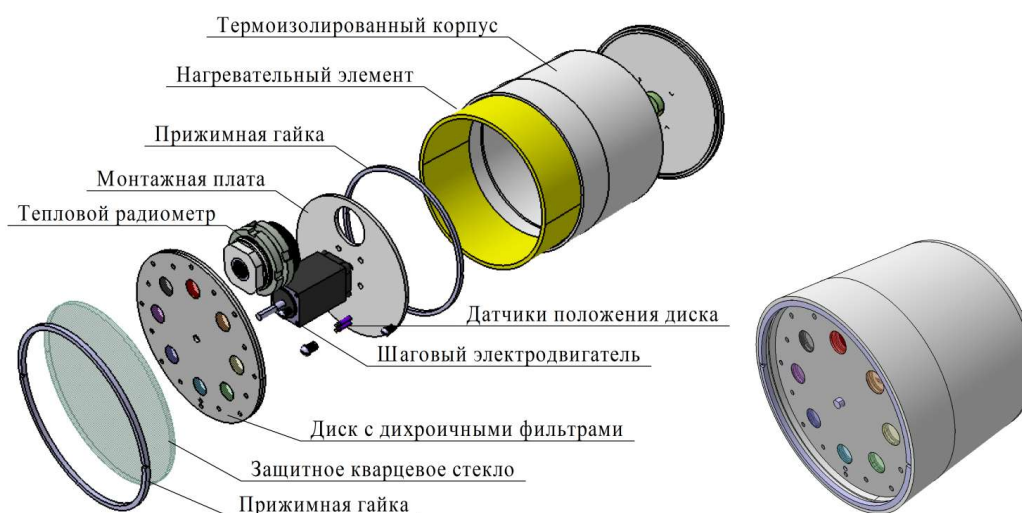


Рисунок 2. Устройство контроля спектрального соответствия.

6. Заключение

Предложена методика определения спектрального соответствия имитируемого солнечного излучения внеатмосферных условий. На основе единого типа средств измерений – тепловых радиометров предложена конструкция устройств для измерения уровня и неравномерности энергетической освещенности, контроля спектральных характеристик имитируемого солнечного излучения непосредственно в условиях вакуума и экстремальных температур.

Список литературы

- [1] ГОСТ Р 56469–2015. Аппараты космические автоматические. Термобалансные и термовакуумные испытания. 2015 Стандартиформ,. 11 с.
- [2] Кравченко С В, Нестеров С Б, Романько В А, Тестоедов Н А, Халиманович В И, Христинич В В 2013 Инженерный журнал: наука и инновации 1(13)149–75.
- [3] Шевчук А А, Пастушенко О В, Двирный В В, Двирный Г В, Филатов А А 2020 Космические аппараты и технологии 4(3)129-40.
- [4] Колесников А В, Сербин В И Моделирование условий внешнего теплообмена космических аппаратов 1997.

Перспективы развития жидкостной манометрии в области низкого абсолютного давления (0,1 – 1000 Па)

Т А Эйхвальд¹

¹ ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 190005, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: eichwald@mail.ru

Аннотация. Рассмотрены проблемы измерения низкого абсолютного давления в диапазоне 0,1 – 1000 Па с помощью интерференционного масляного манометра из состава Государственного первичного эталона абсолютного давления ГЭТ 101-2011 и приведены методы их решения. Произведен анализ возможностей измерения давления с помощью ЛИММ при условии оснащения его оптическим интерференционным устройством с фазовой модуляцией с целью увеличения разрешения манометра и с учетом результатов исследований физико-химических свойств рабочей жидкости манометра.

1. Введение

В настоящее время первичными эталонами давления в области низких абсолютных давлений 0,1 – 1000 Па служат установки со статической экспансией газа и жидкостные манометры. Также в некоторых странах (США, Германия, Швеция) в настоящее время ведутся работы по созданию первичных оптических манометров, принцип действия которых основан на измерении показателя преломления газа при известной его температуре. Однако на сегодняшний день такие установки не применяются в качестве первичных средств измерения давления не известно. В настоящее время наивысшей точностью в диапазоне 1 – 1000 Па обладает ультразвуковой жидкостный масляный манометр NIST, США.

Во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева в 2000х гг. велись работы по созданию лазерного интерференционного масляного манометра (ЛИММ) для измерения абсолютного давления газа в диапазоне 0,1 – 1000 Па. В 2011 г. ЛИММ вошел в состав государственного первичного эталона единицы давления РФ ГЭТ 101-2011 [1]. Кроме ЛИММ в состав эталона ГЭТ 101-2011 вошел также лазерный интерференционный ртутный манометр (ЛИРМ) и грузопоршневой манометр с газовой смазкой.

В 2012 – 2018 гг. прошли ключевые сличения ССМ.Р-К4.2012 в области абсолютного давления в диапазоне 1 – 10000 Па, в которых ГЭТ 101-2011 принял участие наряду с эталонами США, ФРГ, Японии, Чехии, Мексики. В диапазоне сличений 1 – 1000 Па государственный первичный эталон РФ представлял ЛИММ. Положительные результаты сличений [2] позволили подтвердить заявленные метрологические характеристики ГЭТ 101-2011, однако выявились и некоторые проблемы ЛИММ, которые будут подробно обсуждаться ниже.

В последующие годы некоторые страны также решили идти по пути развития жидкостной манометрии, несмотря на сложность создания и использования устройств такого типа. Причем, например, в 2014 в КНР был разработан аналог ультразвукового масляного манометра NIST [3,4], а в РТВ, Германия, в 2015 году начались работы по созданию интерференционного лазерного масляного манометра, аналогичного по принципу действия ЛИММ, но обладающего существенно более высоким разрешением [5].

Таким образом возник вопрос о дальнейших путях совершенствования и возможностях измерения низкого абсолютного давления в области 0,1 – 1000 Па в РФ.

2. Принцип действия ЛИММ, его уравнение измерений и источники неопределенностей

Лазерный интерференционный масляный манометр представляет собой U-образный жидкостный манометр, разность уровней масла в котором измеряется с помощью интерферометра. Схема ЛИММ приведена на рисунке 1.

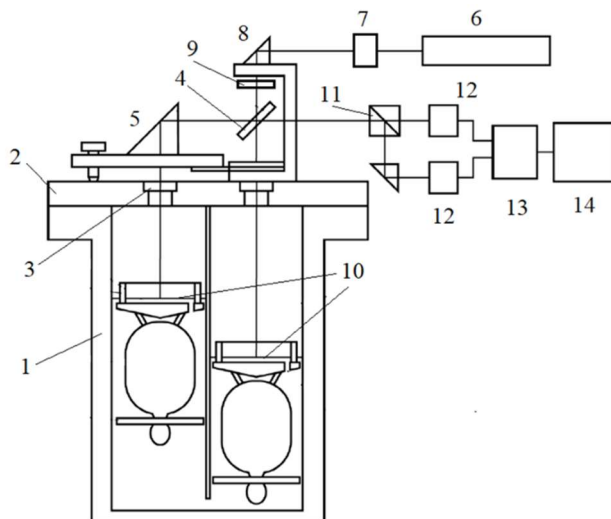


Рисунок 1. Принципиальная схема ЛИММ.

1 - корпус ЛИММ, 2 – верхний фланец корпуса, 3 – окна из оптического стекла, 4 – светоделительная пластинка, 5 – поворотная призма, 6 – гелий-неоновый лазер, 7 – оптический изолятор, 8 – поворотная призма, 9 – полуволновая фазовая пластинка, 10 – демпфирующие поплавки, 11 – поляризационный делитель, 12 – фотодиоды, 13 – электронный блок сопряжения с компьютером, 14 – управляющий компьютер.

Изменение разности давлений в коленях манометра приводит к изменению разности уровней жидкости и, следовательно, к сдвигу интерференционной картины, поэтому уравнение измерений ЛИММ имеет вид:

$$p - p_0 = \rho g \frac{N\lambda}{4}, \quad (1)$$

где p – значение измеряемого давления газа; p_0 – остаточное давление газа в колене сравнения; ρ – плотность масла; g – ускорение свободного падения; N – количество сосчитанных импульсов (один импульс соответствует половине интерференционной полосы); λ – длина волны лазерного излучения.

Суммарная стандартная неопределенность ЛИММ в зависимости от измеряемого давления p выражается в Па формулой

$$u_c = 3.6 \cdot 10^{-3} + 0.5 \cdot 10^{-4} p (\text{Па}), \quad (2)$$

в которой часть, пропорциональная давлению, определяется, в основном, неопределенностью значения плотности рабочей жидкости, а постоянная часть - разрешением манометра, которое в соответствии с (1) при минимальном регистрируемом сигнале $N=1$ составляет 1,4 мПа. Вклад длины волны лазера и ускорения свободного падения не превосходит 1 ppm.

3. Проблема измерения плотности масла

Результаты ключевых сличений ССМ.Р-К4.2012 в верхней части диапазона действия ЛИММ (300-1000 Па) выявили наличие следующей проблемы.

Из рисунка 2 видно, что расхождение показаний ЛИММ с эталонами других участников (без учета эталона СЕНАМ) имеет систематический характер и составляет около 0,02% от измеряемой величины, что более чем в два раза превышает заявленную неопределенность измерений ЛИММ.

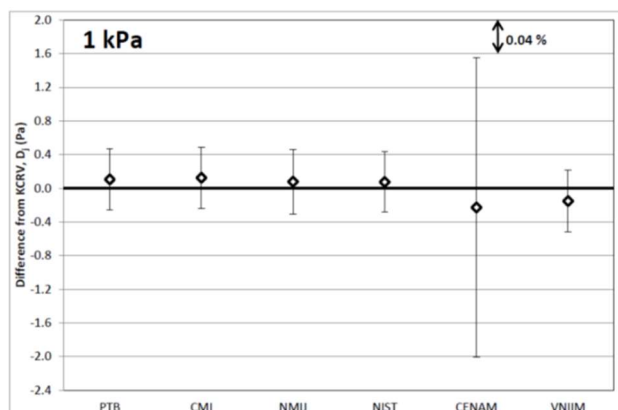


Рисунок 2. Результаты сличений ССМ.Р-К4 для давления 1000 Па.

Было сделано предположение, что причина этого отклонения может состоять в следующем. Плотность масла измеряется на эталоне плотности ВНИИМ, и измерения могут быть проведены для пробы масла, в которой обязательно будет присутствовать растворенный воздух, и только при атмосферном давлении. В рабочих же условиях масло находится под вакуумом и перед началом работы ЛИММ подвергается длительному процессу дегазации. Таким образом, совместное влияние факторов обезгаживания и снятия давления может привести к изменению значения плотности масла.

С целью оценки влияния этих факторов на значение плотности масла в 2017 - 2018 гг. были проведены совместные исследования с PTB, Германия, в рамках сотрудничества по теме КОOMET 724/RU-a/17. Результаты измерений дегазации с помощью плотномера осцилляционного типа (DMA 5000 M) приведены в таблице 1.

Состояние масла VM-1	Плотность масла при 20 °С, кг/м ³	Неопределенность, кг/м ³ (k = 2)
Газонасыщенное	859,747	0,050
Дегазированное	859,806	0,050

Можно видеть, что плотность масла в дегазированном состоянии больше, чем в газонасыщенном, на 0,059 кг/м³, что качественно согласуется, например, с результатами [Poulter].

Плотность масла при снятии с него давления должна быть несколько меньше, чем при атмосферном давлении, вследствие сжимаемости жидкости:

$$\beta = - \left(\frac{1}{V} \right) \left(\frac{dV}{dp} \right) \frac{1}{V} = \left(\frac{1}{\rho} \right) \left(\frac{d\rho}{dp} \right), \quad (3)$$

где V – объем жидкости; ρ – плотность жидкости; p – давление; dV , $d\rho$ и dp – их изменения.

Для исследования сжимаемости масла во ВНИИМ был разработан лазерный интерференционный пьезометр [6], позволяющий измерять сжимаемость масла в дегазированном состоянии и под вакуумом, т.е. в специфических рабочих условиях, в которых масло будет находиться в манометре при измерениях давления. В результате было получено значение сжимаемости масла VM-1 β , которое составило $(5,2 \pm 0,1) \cdot 10^{-10} \text{ Па}^{-1}$. Это означает, что при изменении давления на одну атмосферу, понижение плотности масла $\Delta\rho/\rho$ составляет $5,2 \cdot 10^{-5}$.

Таким образом, было показано, что эффекты дегазации и сжимаемости оказывают на плотность противоположное действие и практически равны по величине, поэтому не могут приводить к искажениям значения плотности масла, превышающим неопределенность измерения его плотности. Впоследствии при повторных измерениях плотности масла во ВНИИМ был получен результат, отличающийся от применяемого в сличениях, поэтому в дальнейшем необходим более тщательный контроль значения плотности рабочей жидкости ЛИММ. Так, например, в конструкции разрабатываемого в настоящее время в PTB интерференционного

лазерного масляного манометра предусмотрен встроенный денсиметр, позволяющий производить измерения плотности масла *in situ* непосредственно во время работы манометра [5].

4. Проблема разрешения ЛИММ

Ключевые сличения ССМ.Р-К4.2012 также показали, что в диапазоне 0,1 – 10 Па ЛИММ несколько уступает в точности эталонам США (NIST), Германии (PTB) и Японии (NMIJ), что демонстрируется на рисунке 3 из [2]. Причина этого состоит именно в относительно невысоком разрешении манометра.

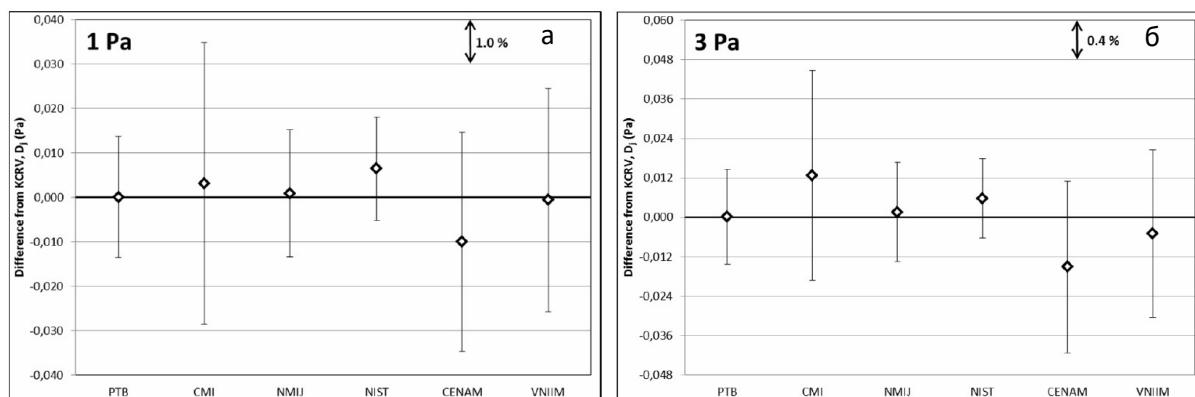


Рисунок 3. Результаты сличений ССМ.Р-К4.2012 в точках 1 Па (а), 3 Па (б).

Это обстоятельство стимулировало работу по поиску способа повышения разрешения ЛИММ. В 2018-2019 гг. во ВНИИМ был разработан метод, позволяющий на порядок увеличить разрешение манометра без внесения существенных изменений в его конструкцию. Идея описана в [7] и состоит в оснащении ЛИММ электронно-оптическим устройством фазовой модуляции, позволяющим производить отсчет при измерении интерференционного сигнала с разрешением $1/255$ доли интерференционной полосы. Был создан и исследован макет такого устройства, изображенного на рисунке 4.

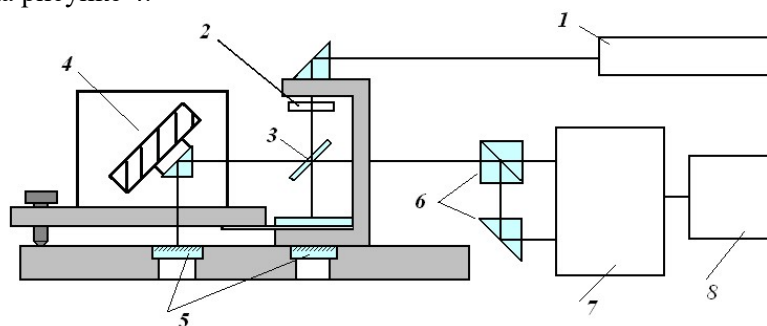


Рисунок 4. Схема макета интерферометра для измерения дробных долей полосы.

1 – лазер, 2 – полуволновая фазовая пластина, 3 – светоделительная полупрозрачная пластина, 4 – пьезоактюатор с установленной на нем призмой полного отражения, 5 - плоские зеркала, 6 – поляризационный разделитель и отражающая призма, 7 – электронный блок сопряжения с компьютером, 8 – персональный компьютер.

Результаты исследований показали, что неопределенность измерения дробной доли полосы не превосходит $5/255$. Поскольку процедура измерений ЛИММ предполагает производить два таких отсчета (до и после напуска газа в манометр), результирующая неопределенность составит $1/25$ интерференционной полосы, что в 12 раз меньше разрешения существующего ЛИММ из состава ГЭТ 101-2011 и связанной с ним неопределенностью.

В аналоге ЛИММ, разрабатываемом в настоящее время в РТВ, Германия, для измерения высоты столба жидкости применяется пара промышленных оптических интерферометров перемещений имеющих разрешение порядка 0,1 нм, что соответствует 0,002 интерференционной полосы. Однако исследования показывают, что интерференционный шум, вызванный волнами на поверхности масла даже при использовании средств виброзащиты составляет порядка 5 нм [8], что по (1) соответствует 0,02 интерференционной полосы, и сопоставимо с планируемыми параметрами ЛИММ.

5. Результаты и обсуждения

Результаты измерения плотности масла в обезгаженном состоянии и его сжимаемости позволяют сделать вывод о том, что введение поправки к значению его плотности, измеренной при нормальных условиях, не требуется. Необходим, однако, более регулярный и тщательный контроль плотности масла.

Оснащение ЛИММ электронно-оптическим устройством фазовой модуляции позволит увеличить разрешения манометра до 1/255 интерференционной полосы. Это приведет к уменьшению постоянной части неопределенности измерений давления с помощью ЛИММ в диапазоне 0,1-10 Па в 10-12 раз, что в пересчете в давление составляет порядка 0,1 мПа.

5. Выводы

Создание усовершенствованного ЛИММ, оснащенного оптическим интерференционным устройством с фазовой модуляцией, позволит привести возможности отечественной метрологии низкого абсолютного давления в области 0,1 – 1000 Па к уровню лучших мировых эталонов в этом диапазоне измерений.

Благодарности

Автор выражает благодарность коллегам А.И. Эйхвальду и И.В. Садковской за всестороннюю помощь в работе, а также Владимиру Забуге, РТВ, за плодотворное сотрудничество и конструктивное обсуждение проблем.

Список литературы

- [1] Садковская ИВ, Цвелик А, Ковальков ВП, Эйхвальд АИ 2012 *Мир измерений* **2(132)** 19 – 25.
- [2] Ricker J et al 2017 *Metrologia* **54** Tech. Suppl. 07002.
- [3] Heydemann PLM, Tilford CR and Hyland RW 1977 *J. Vac. Sci. Technol.* **4(1)** 597-605.
- [4] Yanhua Li, Yuanchao Yang, Jinku Wang and Junfeng Sun 2015 *Metrologia* **52** 111-20.
- [5] Sabuga W 2020 *АСТА ИМЕКО* **9(5)** 334-7.
- [6] Садковская ИВ, Эйхвальд АИ, Эйхвальд ТА 2018 *Измерительная техника* **5** 47-9.
- [7] Садковская ИВ, Эйхвальд АИ, Эйхвальд ТА 2021 *Приборы* **6(252)** 9-12.

Научно-методические принципы технических решений увеличения эффективности метрологического обеспечения в области измерений низкого абсолютного давления вакуума

Д Е Сенатов, Р Э Кувандыков, Р А Тетерук и А А Чернышенко
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», 190005, РФ, г. Санкт-Петербург,
Московский пр., д. 19

E-mail: d.e.senatov@vniim.ru, ruskuw@mail.ru, r.a.teteruk@vniim.ru,
vacuum@vniim.ru

Аннотация В статье, приведено описание полезной модели устройства для автоматической поверки и калибровки вакуумметров в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$ Па, разработанного во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Устройство предназначено для получения абсолютного давления газа со строго заданным значением. Рассмотрены плюсы использования устройства для проведения работ по поверке и калибровке средств измерения вакуума. Также, в статье представлены результаты исследования разрабатываемого метода автоматической поверки высоковакуумных вакуумметров с диапазоном измерений ниже $1,0 \cdot 10^{-1}$ Па. Сделаны выводы о пригодности метода для проведения работ по поверке и калибровке средств измерения вакуума. Поставлены задачи для дальнейших исследований.

1. Устройство для автоматической поверки и калибровки вакуумметров в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$ Па

В настоящее время расширяется модельный ряд высокоточных средств измерения (СИ) низких абсолютных давлений вакуума и увеличивается их общее количество. В связи с чем возникают вопросы оптимизации проведения процедур их поверки и калибровки и увеличения точности средств поверки. В связи с чем во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» было разработано и запатентовано устройство для автоматизации поверки и калибровки СИ низких абсолютных давлений вакуума.

Полезная модель устройства для поверки и калибровки вакуумметров, как СИ низкого абсолютного давления газа и газовых смесей, относится к приборостроению в области автоматического регулирования и метрологии, в частности к устройствам, создающим давление газа в вакуумных системах. Устройство предназначено для получения абсолютного давления газа со строго заданным значением и может быть использовано при проведении поверки и калибровки вакуумметров.

Наиболее близким к предлагаемому устройству (прототип) является установка для поверки вакуумметров (МИ 140-89. Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Вакуумметры. НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 1988 г.), состоящая из измерительной камеры и присоединённого к ней через запорный клапан откачных средств для создания вакуума, эталонного вакуумметра, ручного регулируемого клапана подачи газа. После предварительной откачки газа из измерительной камеры до остаточного давления, перекрывают запорный клапан между откачными средствами создания вакуума и измерительной камерой, в заданном диапазоне поверяемых давлений, с помощью ручного регулируемого клапана подачи газа дискретно устанавливают поверочные значения давления в порядке возрастания с интенсивностью не менее трёх значений на декаду. В данной вакуумметрической установке

давление газа регулируют по концентрации газа в измерительной камере, при этом используют уравнение состояния идеального газа.

Целью полезной модели является повышение достоверности, точности установки поверяемых значений давления газа, с одновременным снижением длительности процесса поверки и калибровки вакуумметров.

Указанная цель реализуется с помощью установки для поверки и калибровки вакуумметров, схема которой приведена на рисунке 1.

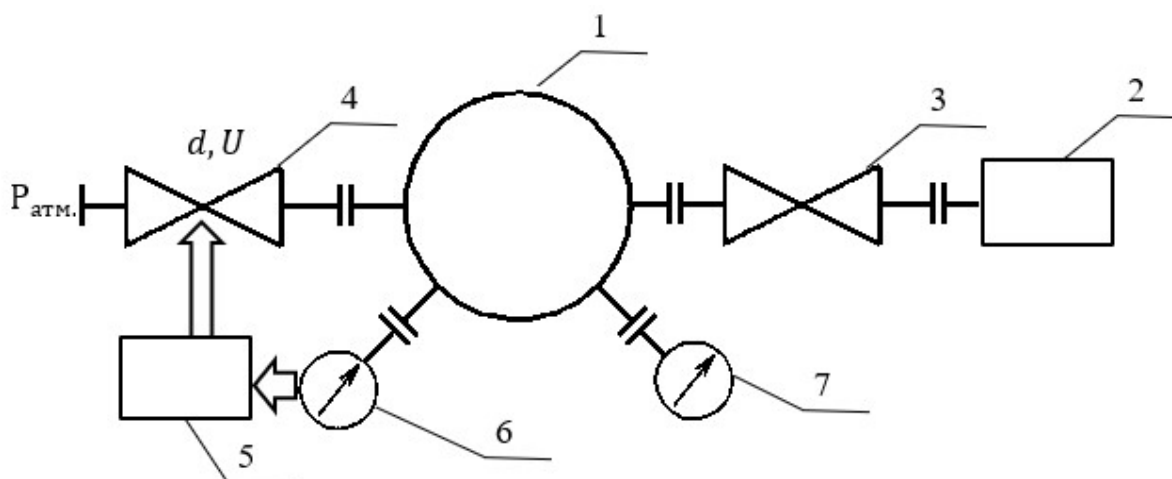


Рисунок 1. Схема установки для поверки и калибровки вакуумметров, где 1 – измерительная камера, 2 – откачные средства создания вакуума, 3 – запорный клапан, 4 – быстродействующий электромагнитный клапан подачи газа, 5 – реле времени с выносным регулятором выдержек, 6 – эталонный вакуумметр, включающий первичный измерительный преобразователь и электронный блок, 7 – поверяемый вакуумметр.

В предложенном устройстве давление газа в измерительной камере устанавливают путём открытия и подачи молекул газа из окружающей атмосферы через управляемый быстродействующий электромагнитный клапан подачи газа с помощью реле времени на предварительно рассчитанную выдержку времени (длительность), пропорционально увеличению концентрации молекул газа, которую рассчитывают исходя из значений текущего значения давления газа в измерительной камере, значения атмосферного давления воздуха, требуемого значения давления, характеристик самого клапана подачи газа (диаметр отверстия) и объёма измерительной камеры.

В основу работы устройства положено управляемое по длительности открытие быстродействующего клапана подачи газа. При этом длительность открытия быстродействующего клапана подачи газа задается исходя из технических характеристик устройства (объем измерительной камеры, проводимость клапана подачи газа и др.).

В теоретическую основу заявляемой полезной модели положено следующее. При открытом управляемом быстродействующем электромагнитном клапане подачи газа, давление в измерительной камере изменяется пропорционально потоку газа Q , проходящему через клапан, времени (длительности) открытия клапана t и обратно пропорционально объёму измерительной камеры V [1]:

$$P = P_{\text{мек.}} + Q \times \frac{t}{V},$$

где $P_{\text{мек.}}$ – текущее значение давления газа в измерительной камере.

Известно, что поток газа пропорционален проводимости U клапана с условным диаметром прохода d и разнице давлений на входе и выходе клапана [1]:

$$Q = U \times (P_{атм.} - P_{тек.}),$$

где $U = 116 \times \pi \times \frac{d^2}{4}$ для воздуха при молекулярном течении газа [1] $P_{атм.}$ – значение атмосферного давления воздуха.

Из приведенных выше соотношений следует соотношение, связывающее длительность открытия клапана t с поверяемым значением давления P :

$$t = \frac{P - P_{тек.}}{P_{атм.} - P_{тек.}} \times \frac{V}{U},$$

Устройство работает следующим образом. Собирают устройство согласно блок-схеме, показанной на рисунке 1. С помощью откачных средств создания вакуума 2 понижают давление газа в измерительной камере 1 до значения давления на 1 или более порядков меньше, чем нижний предел измерения поверяемого вакуумметра. Выносной регулятор задержек реле времени 5 на основании результата измерения текущего давления газа в измерительной камере 1, полученного от эталонного вакуумметра 6, а также значения объёма измерительной камеры 1, значения проводимости быстродействующего электромагнитного клапана подачи газа 4 и требуемого поверяемого значения давления рассчитывает необходимую для установления следующего поверяемого значения давления газа длительность открытия клапана подачи газа 4, а также подаёт импульс напряжения для его открытия. Атмосферный воздух через быстродействующий электромагнитный клапан подачи газа 4 поступает в измерительную камеру 1, увеличивая в ней концентрацию молекул газа и, согласно уравнению состояния идеального газа, абсолютное давление. После установления в измерительной камере 1 требуемого поверяемого значения давления газа происходит регистрация показаний эталонного 6 и поверяемого вакуумметров. При этом при поверке и калибровке для каждого из поверяемых значений давлений повторяют действия, описанные выше. При определении метрологических характеристик поверяемого вакуумметра поверочные значения давления устанавливают в порядке возрастания в количестве 3 значения на декаду при поверке (одна серия) и 5 значений на декаду при калибровке (три и более серий). [2]

По сравнению с аналогами предлагаемое устройство позволяет значительно снизить время установления поверяемого значения давления. Уменьшение времени необходимого для проведения одной серии позволяет увеличить количество серий при калибровке вакуумметра, что уменьшает статистическую составляющую неопределенности и тем самым повышает точность измерений. При поверке, уменьшение времени установления значения давления позволяет увеличить количество градуировочных точек, что также увеличивает точность и достоверность процедуры поверки и позволяет получить более точную градуировочную характеристику прибора. Также уменьшение времени необходимого для проведения одной серии весьма актуально ввиду постоянного роста числа приборов, поступающих для проведения работ по поверке и калибровке.

2. Исследование возможности реализации автоматической поверки и калибровки вакуумметров в условиях высокого вакуума

Плюсы от использования устройства для автоматической поверки и калибровки вакуумметров, описанного выше, достаточно очевидны. Однако, диапазон измерений, в котором оно применимо довольно узок. Связано это в первую очередь с тем, что, даже при выставлении минимального времени открытия быстродействующего клапана, в камеру из атмосферы попадает слишком много молекул газа. И давление в камере сразу же возрастает до десятых долей Паскаля.

В связи с этим научно-исследовательской лабораторией (НИЛ) госэталонов в области измерений низких абсолютных давлений и вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» было принято решение о поиске и исследовании других методов способов получения давления в измерительной камере вакуумметрической установки в диапазоне ниже $1,0 \cdot 10^{-1}$ Па. Одним из

них стал метод, основанный на собственном натекании давления в камере. Схема установки для реализации метода приведена на рисунке 2.

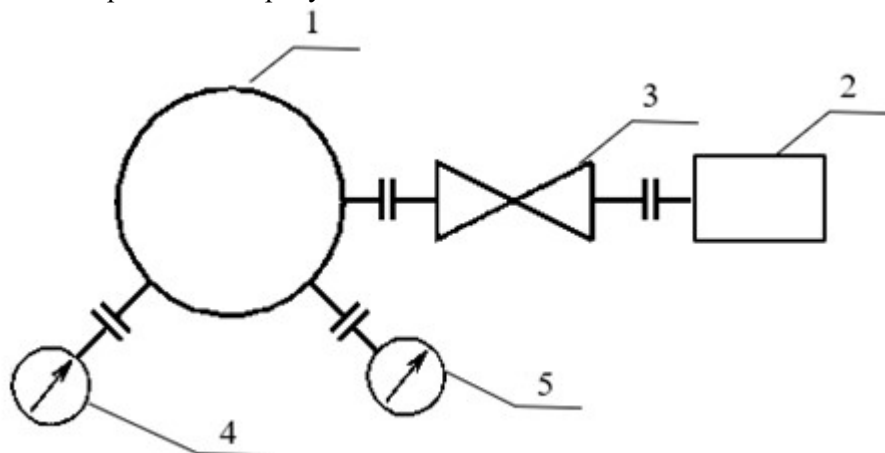


Рисунок 2. Схема установки для реализации метода, основанного на собственном натекании, где 1 – измерительная камера, 2 – откачные средства создания вакуума, 3 – запорный клапан, 4 – эталонный вакуумметр, включающий первичный измерительный преобразователь и электронный блок, 5 – поверяемый вакуумметр.

Устройство работает следующим образом. С помощью откачных средств создания вакуума 2 понижают давление газа в измерительной камере 1 до значения давления на 1 или более порядков меньше, чем нижний предел измерения поверяемого вакуумметра. После чего перекрывают запорный клапан 3 и при помощи компьютера и программы для записи данных фиксируют одновременно показания эталонного и поверяемых вакуумметров. Пример графиков показаний эталонного и поверяемого СИ, полученных во время исследований, приведен на рисунке 3.

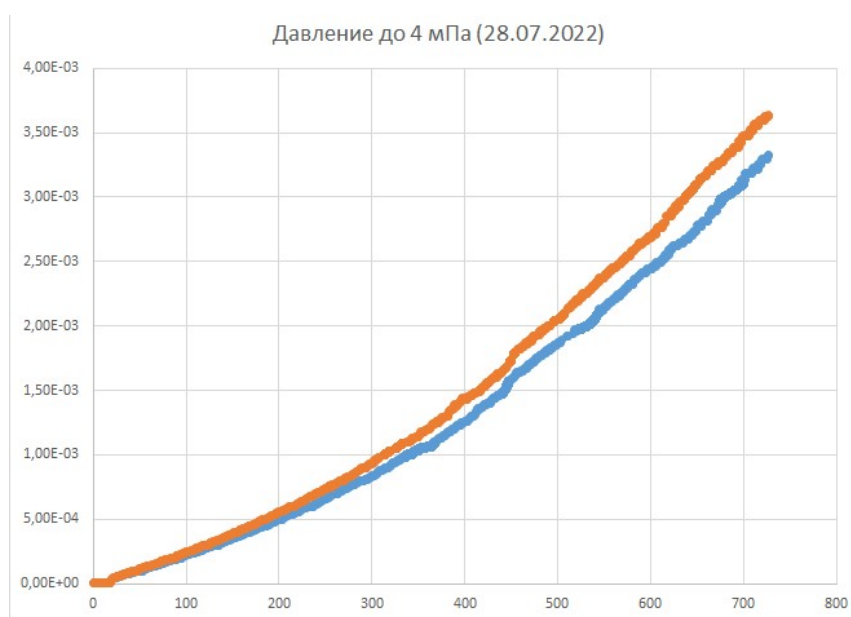


Рисунок 3. Показания эталонного и поверяемого СИ, полученные во время исследований, где ось абсцисс – ось времени в секундах, ось ординат – ось давления в Па, синий график – график показаний эталонного прибора, оранжевый график – график показаний поверяемого прибора.

Не смотря на, кажущуюся простоту, вовремя исследований метод показал стабильную повторяемость результатов и пригодность для сравнений показаний эталонного и поверяемого прибора в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-5}$ до примерно $5,0 \cdot 10^{-3}$ Па. Также метод позволяет избавиться от погрешностей, присущих динамическому режиму измерений, связанных с неравномерностью значений давления в измерительной камере, возникающей из-за потоков газа при откачке. Однако диапазон его применения на текущий момент ограничен т.к. при достижении в камере давления порядка 10^{-3} Па давление начинает изменяться слишком медленно и быстродействие метода сильно падает вплоть до полной нецелесообразности его применения.

4. Вывод

В настоящее время весьма актуальной является задача автоматизации процедур поверки и калибровки СИ низких абсолютных давлений вакуума. Силами НИЛ госэталонов в области измерений низких абсолютных давлений и вакуума ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в диапазоне $1,0 \cdot 10^{-1}$ до $1,0 \cdot 10^5$ Па она решена. Однако, актуальным остается расширение диапазона автоматических измерений в область высокого вакуума. Метод измерений основанный на собственном натекании показал весьма неплохие результаты, но имеет ограничения своем диапазоне применения и нуждается в доработке и дальнейших исследованиях.

Список литературы

- [1] Розанов Л Н 2012 Вакуумное технологическое оборудование. – изд-во Политехнического Университета, Санкт-Петербург.
- [2] Кувандыков Р Э, Чернышенко А А 2021 Модернизация программно-аппаратного комплекса отдела государственных эталонов в области измерения давления для проведения калибровки вакуумметров и разработка поверочного тренажера. *Труды 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием. Вакуумная техника и технологии.* 73-79.

Контроль герметичности

Испытания на герметичность разъемного соединения прототипа первой стенки ИТЭР масс-спектрометрическим методом течеискания

Н В Монтак, П Ю Пискарев, В А Васильев, Д А Киселев, М С Колесник, С Н Мазаев и А С Швертечко

АО «НИИЭФА», Россия, 196641, Санкт-Петербург, пос. Металлострой, дорога на Металлострой, д. 3

Email: montak@sintez.niiefa.spb.su

Аннотация. В работе представлен план и результаты испытаний разъемного соединения прототипа первой стенки ИТЭР масс-спектрометрическим методом течеискания. Подробно описана схема испытательной установки и метод исследования, а также конструкция разъемного соединения и уплотнительных колец.

1. Введение

Цель работы заключается в исследовании разъемного соединения между патрубком системы подачи гелия и входными гидравлическими коннекторами панели первой стенки (ППС) в процессе горячих вакуумных испытаний гелием на герметичность. Для данного вида соединений традиционно используется сварка, что требует проведения последующей механической обработки. В связи с тем, что из-за специфики дизайна гидравлического коннектора ППС – традиционную обратку провести невозможно, нами было предложено использовать разъемное соединение, где наиболее существенный риск заключается в появлении недопустимого натекания через используемые уплотнения. Не герметичность будет приводить к ухудшению чувствительности течеискателя при испытаниях, а также суммируясь с натеканием через объект испытаний, будут приводить к ложной отбраковке последнего. Поэтому, в случае некачественного уплотнения, возникает необходимость проведения повторных испытаний. В этом случае, стратегия снижения риска заключается в использовании максимально надежной уплотнительной системы, которая обеспечит допустимый уровень натекания. Экспериментальное обоснование разработанной конструкции прототипа разъемного соединения производится на макетах, представляющих собой точную копию гидравлических коннекторов ППС.

2. Конструкция разъемного соединения и уплотнений

Разработанная система состоит из 25 цельных и сварных деталей, включая уплотнения и болты с шайбами. Для каждого стыка используется двойной контур уплотнения с дифференциальной откачкой отдельным гелиевым течеискателем (ГТИ).

Во втулке между двумя уплотнениями имеется кольцевой канал, из которого осуществляется дифференциальная откачка. В центральном болте имеется отверстие диаметром 1 мм, необходимое для откачки закрытого канала во втулке. Шесть болтов и две детали (крышка и колпак) используются для затяжки уплотнений, установленных на фланце. Крышка перераспределяет основное усилие от болтов в зону расположения уплотнения, что обеспечивает лучшую равномерность степени сжатия уплотнений. Конструкция разработана таким образом, чтобы ограничивать сжатие уплотнений для обеспечения упругой деформации, а также не допускать вращения уплотнительных колец при затяжке. Конструкция разъемного соединения представлена на рисунке 1.

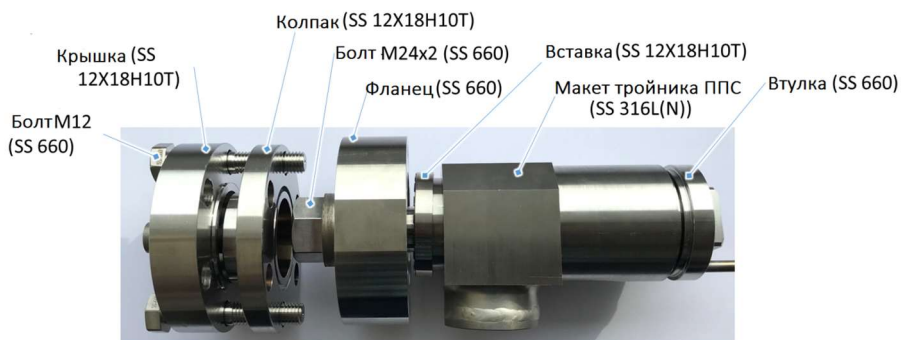


Рисунок 1. Набор деталей и узлов с указанием материала изготовления.

Для проведения предварительных испытаний разъемного соединения были выбраны металлические уплотнения двух производителей: HTMS (Бельгия) и Technetics (Франция-США). Оба вида уплотнений представляют собой металлическую пружину, заключенную в металлический корпус тороидального вида, с нанесённым мягким легкодеформируемым покрытием из серебра. В конструкции разъемного соединения используются разные типоразмеры уплотнений (диаметр поперечного сечения). Диаметр поперечного сечения двух типов уплотнений HTMS составляет 2,39 мм и 2,0 мм, а диаметр двух типов уплотнений Technetics - 2,28 мм и 1,98 мм. Материал оболочки для уплотнений HTMS - Inconel 718, а материал оболочки уплотнений Tehnetics – SS316L для уплотнений диаметра 2,28 мм и серебро для уплотнений диаметра 1,98 мм. Пружина для обоих производителей выполнена из Inconel 718.

3. Описание процедуры испытаний

Для испытаний разъемного соединения ППС была использована испытательная установка с вакуумной камерой объемом $7,1 \times 10^3$ см³ (рисунок 2), оборудованной системой подогрева и необходимым количеством патрубков для подачи гелия, подключения двух ГТИ и термопар (рисунок 3).

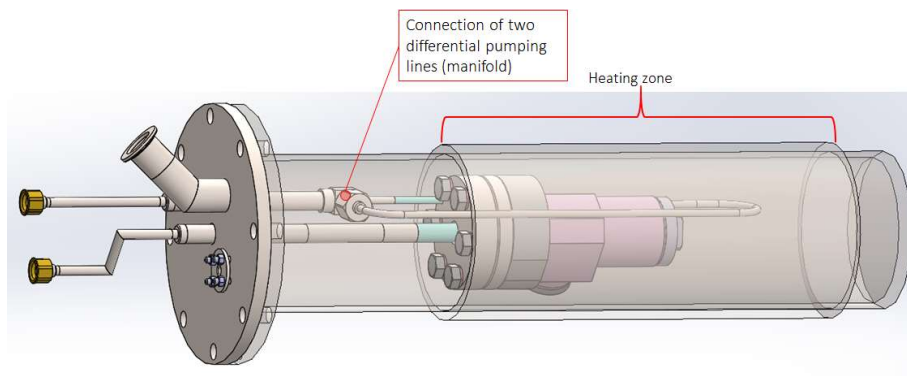


Рисунок 2. Общий вид вакуумной камеры и испытательного макета во время испытаний.

Испытываемый макет помещался в вакуумную камеру в зону нагрева, его внутренний объем подключался к патрубку системы подачи гелия, объем всех участков между парами уплотнений подключался к системе дифференциальной откачки. Объем между уплотнениями и объем вакуумной камеры откачивались с помощью двух течеискателей до достижения фонового уровня потока по гелию $5 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·с⁻¹.

Перед началом каждого цикла испытаний производилась калибровка обоих течеискателей, а также с помощью референтной гелиевой течи определялась чувствительность системы, которая рассчитывается по формуле (1).

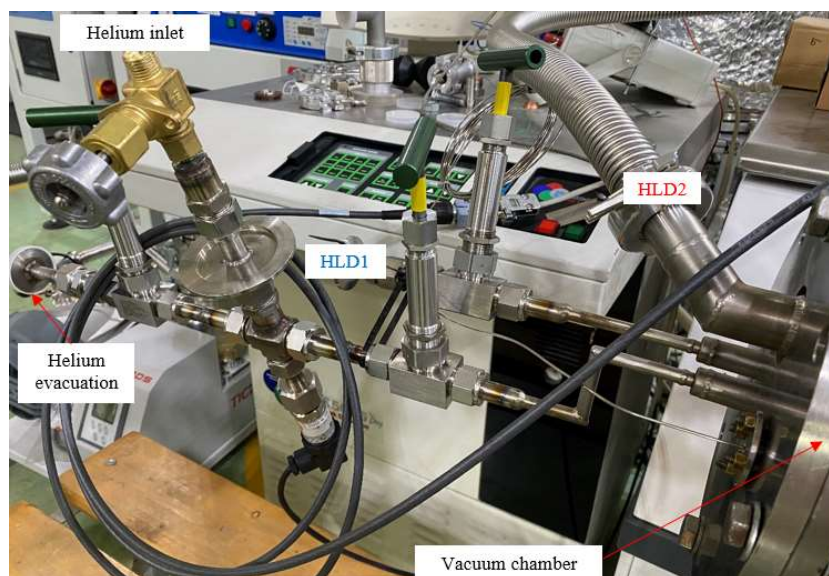
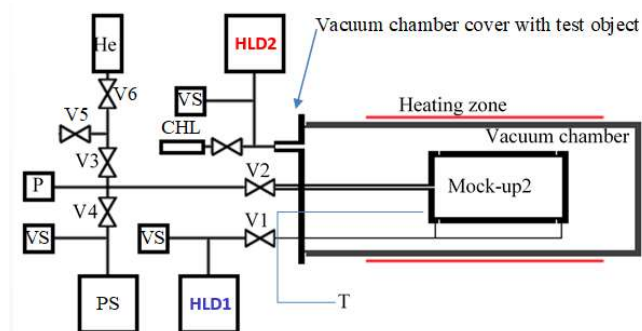


Рисунок 3. Общий вид испытательной установки.

$$S_{\text{test}} = \frac{S_{\text{mini}} \times V_{\text{ref}}}{S_{\text{ref}} - S_{\text{Back}}}, \quad (1)$$

где S_{mini} – минимально определяемая течь, V_{ref} – величина калибровочной течи, S_{ref} – сигнал полученный ГТИ от калибровочной течи, S_{Back} – фоновый уровень гелия, определяемый на ГТИ.

Гелиевая калибровочная течь подключается на одну линию с ГТИ, откачивающим внутренний объем камеры. Внутренний объем разъемного соединения ППС откачивался с помощью форвакуумного насоса, затем этот объем заполнялся гелием до давления 4 МПа; время проведения испытаний – не менее двойного времени отклика течеискателя, но, не менее 15 минут. Схема подключения для проведения испытаний представлена на рисунке 4.



T – термодпары, P – датчик давления; HLD – ГТИ; V – клапан; PS – насосная станция; VS – вакуумный датчик; CHL – референтная гелиевая течь.

Рисунок 4. Схема подключения при проведении испытаний.

Перед установкой макета в вакуумную камеру производился его обдув гелием, при подключении течеискателей к дифференциальной откачке и к внутреннему объему макета.

Критерием успешности выполнения испытаний является величина натекания, не превышающая $1 \cdot 10^{-10}$ Па·м³·с⁻¹, которая рассчитывается по формуле:

$$V_{\text{Leak}} = \frac{(S_{\text{Leak}} - S_{\text{Background}})}{(S_{\text{ref}} - S_{\text{Background}})} \times V_{\text{ref}}, \quad (2)$$

где V_{Leak} – величина гелиевой течи, S_{Leak} – сигнал, полученный ГТИ от течи.

4. Результаты испытаний

Всего было испытано 10 наборов колец НТМС, для них был разработан цикл испытаний (рисунок 5), состоящий из 6 этапов, выполняемых при разной температуре. Контуры откачки с обозначением позиций ГТИ, представлены на рисунке 6.

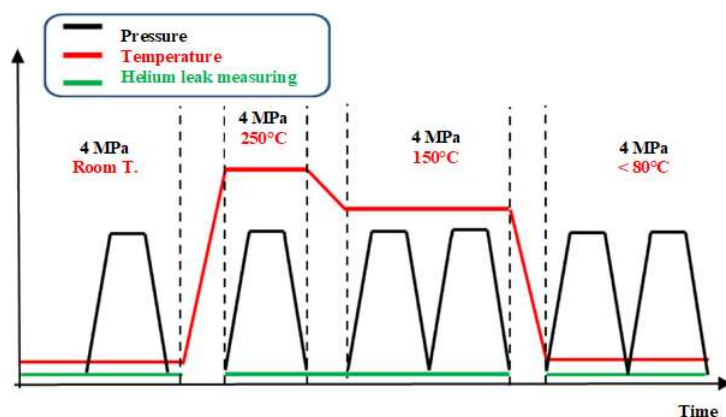


Рисунок 5. План испытаний.

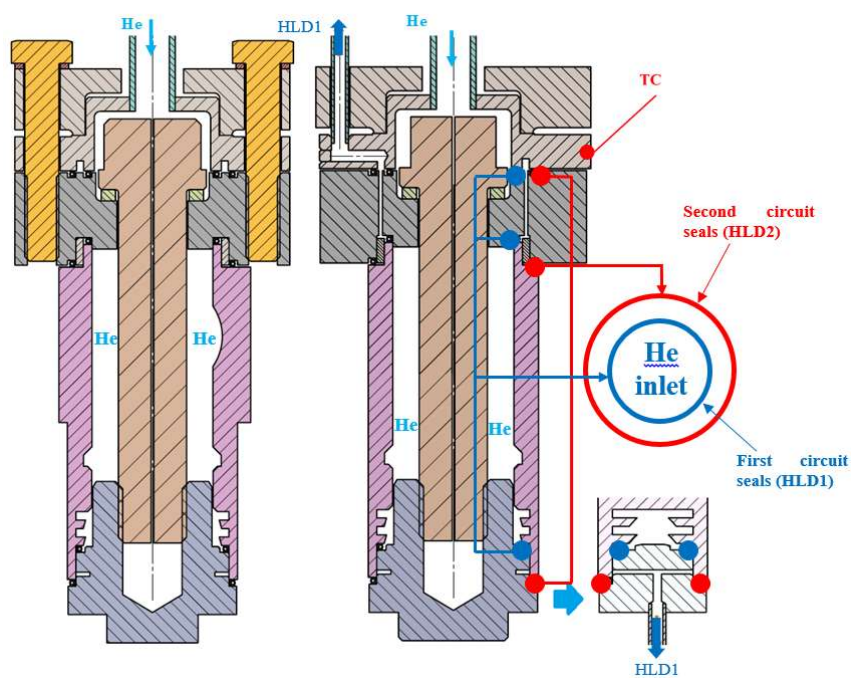


Рисунок 6. Схема испытаний разъемного соединения.

Результаты проведения испытаний колец НТМС приведены на рисунке 7. В таблице 1 приведены данные о количестве комплектов колец, при испытании которых была обнаружена течь, в сравнении с общим количеством испытанных комплектов. Для наглядности были выбраны графики испытаний четвертого набора уплотнений при комнатной температуре и при 250° С, на них отчетливо заметна разница в величинах натекания гелия. На графике серым цветом показано давление гелия, синим - величина течи в контуре дифференциальной откачки (HLD1), красным – значения течи в вакуумной камере (HLD2).

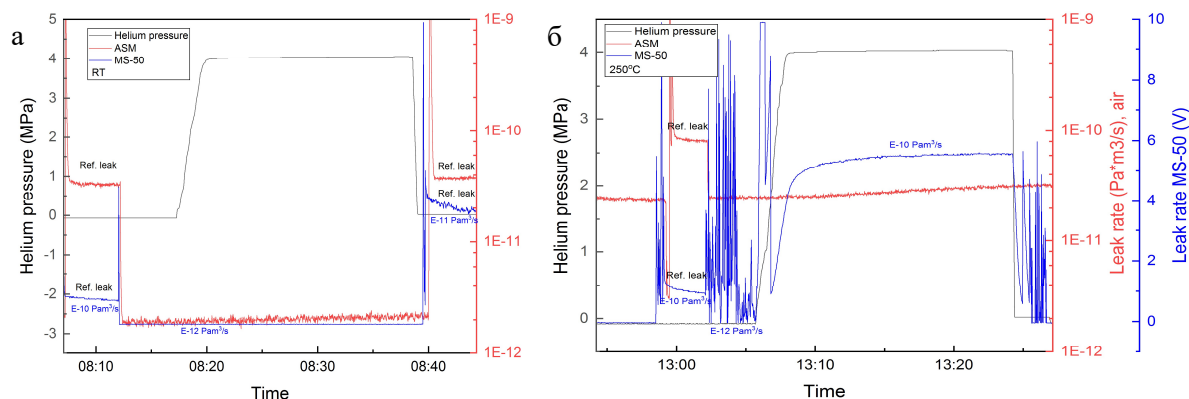


Рисунок 7. Результаты проведения испытаний: при комнатной температуре (а), при 250 °С (б).

На графике (а) можно заметить, что величины HLD1 и HLD2 остаются в допустимых пределах. В свою очередь, на графике (б) в контуре дифференциальной откачки величина течи составляет $6 \cdot 10^{-10} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$, что превышает допустимое значение.

Таблица 1. Результаты испытаний.

Этап испытаний	Контур дифференциальной откачки (HLD1)		Вакуумная камера (HLD2)	
	Наличие течи	Течь выше нормы	Наличие течи	Течь выше нормы
1. HLT RT (1)	7/10	5/10	2/10	2/10
2. HHLT 250	8/8	8/8	5/8	0/8
3. HHLT 150 (1)	7/7	7/7	4/7	0/7
4. HHLT 150 (2)	6/6	6/6	3/6	0/6
5. HLT RT (2)	2/7	2/7	0/7	0/7
6. HHLT RT (3)	2/7	1/7	0/7	0/7

Во время проведения испытаний первых четырех наборов уплотнений при обнаружении течи выше допустимого значения испытания прекращались и последующие этапы не проводились. При испытании двух комплектов уплотнений была обнаружена массивная течь на 1 этапе, а для двух других комплектов на 2 этапе, после чего испытания прекращались. При этом для четвертого комплекта было принято решение завершить цикл испытаний (кроме этапа 4) для сравнения показаний при комнатной температуре до и после испытаний при 250° С. Таким образом, 1 этап испытаний был выполнен для 10 наборов, 2 этап – для 8 наборов, полный цикл испытаний – для 6 наборов.

Величина течи выше нормы была обнаружена в контуре дифференциальной откачки при проведении каждого испытания при повышенной температуре, при этом величина течи в вакуумную камеру ни разу не превысила допустимое значение.

5. Заключение

Испытания двойного уплотнения кольцами HTMS доказывают эффективность и необходимость такой конструкции соединения при последующих испытаниях коннектора ППС. Во время проведения испытаний ни разу не была обнаружена величина течи в вакуумную камеру выше $1 \cdot 10^{-10} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$, за исключением первых 4-х повторений во время которых фактически проводилась доработка методики испытаний. Кроме того, проведением модернизации дизайна разъемного соединения, на основе полученного из испытаний опыта, можно добиться еще более высокого уровня герметичности. Стоит отметить, что предварительные испытания комплектов колец марки Technetics показывают лучшие результаты ввиду того, что в их конструкции используются более мягкий материал оболочки.

Исследование термоэлектронной эмиссии ЭВП после герметизации течей

Г. А. Жабин, С.А. Вашин и Е.А. Стройков

АО «Научно-производственное предприятие «Исток» им. Шокина»,
141195, г. Фрязино, Россия

Аннотация. Рассмотрены основные способы поиска и герметизации течей в отпаянных электровакуумных приборах (ЭВП) с помощью насоса магнитного электроразрядного (НЭМ). Показана возможность применения различных типов герметиков с целью устранения натекания в отпаянных ЭВП. Проведены исследования влияния давления остаточных газов на термоэлектронную эмиссию в приборах различного типа.

1. Введение

Работа электровакуумных приборов сверхвысоких частот (ЭВП СВЧ) во многом определяется величиной вакуума. Одной из основных причин ухудшения вакуума в процессе изготовления ЭВП может быть наличие течей. Своевременная диагностика натекания является актуальной задачей при производстве приборов, так как ухудшение вакуума влияет на количество сорбированных газов в поверхность электродов, ускоряя процессы переноса газов [1,2]. Для эффективного устранения натекания в ЭВП появилась необходимость более подробного исследования процессов повышения давления остаточных газов, так как они способны ухудшить различные параметры ЭВП.

Течи в ЭВП СВЧ подразделяются на реальные и «виртуальные» (повышенное газовыделение). В реальных течах проникновение газа из атмосферы внутрь ЭВП осуществляется через дефекты неразъемных соединений, полученных в процессе пайки и сварки. Также при таких течах возможно проникновение газа через микротрещины в материалах деталей, которые образуются в процессе технологических операций изготовления ЭВП за счет примесей, включений посторонних частиц, тепловых или механических напряжений материалов. В случае «виртуальных» течей при наличии загрязняющего вещества между соединенными частями на вакуумной стороне сварного (паяного) шва происходит выделение газа, проникающего в вакуумную систему прибора. При недостаточном обезгаживании деталей и самого прибора в процессе откачки появляется диффузия газов из объема материала, а также из объемных полостей (пор). Кроме, того возможны явления обратной диффузии во время заключительного этапа откачки ЭВП. После закрытия течей герметиком снаружи прибора, в некоторых случаях возможно проникновение жидкой фазы герметика во внутривакуумный объем ЭВП [3–5].

Измерение давления остаточных газов в отпаянных ЭВП обычно осуществляется при включении магнитного электроразрядного насоса (НЭМ) по изменению величины тока, которая зависит линейно от давления. Использование НЭМ позволяет осуществить поиск течей несколькими способами с использованием гелия в качестве пробного газа [3,5]. Течи величиной 10^{-9} – 10^{-10} м³Па/с в отпаянных ЭВП успешно находятся прямым обдувом пробным газом при регистрации изменения тока НЭМ. Течи величиной меньше 10^{-10} – 10^{-12} м³Па/с, как правило, лучше диагностировать методом опрессовки пробным газом предполагаемого места натекания. Наибольшей чувствительностью обладает метод циклической опрессовки (чувствительность – до $\sim 10^{-14}$ м³Па/с) [3]. Развитие современных источников высокого напряжения с высокой точностью измерения малых токов до 1 нА позволило обнаружить течи в отпаянных ЭВП на уровне $\sim 5 \cdot 10^{-13}$ м³ Па/с методами обдува или опрессовки потоком гелия [6]. В настоящее время остается

не решенным вопросом, связанный со снижением времени определения натекающих ЭВП, а также влияния повышения давления остаточных газов на термоэлектронную эмиссию катодов различных типов приборов после герметизации течей.

Цель работы – рассмотреть современные методы определения и поиска, а также герметизации течей в отпаянных ЭВП, определить влияние натекания в многолучевых клистронах (МЛК) и циклотронных защитных устройствах (ЦЗУ) на термоэлектронную эмиссию катодов.

2. Методы диагностики течей в отпаянных ЭВП СВЧ

Одним из распространённых способов определения герметичных приборов является измерение тока НЭМ в ЭВП при увеличении интервалов времени измерений между включениями насоса. В натекающих приборах происходило возрастание тока НЭМ с увеличением времени выдержки прибора, а в герметичных ЭВП ток с увеличением интервала времени падал или стремился к предельному значению [5,6]. Такой способ имел существенный недостаток, связанный с длительным временем выдержки прибора – более 24 часов между включениями НЭМ. В связи с этим был разработан способ определения натекающих приборов по максимальной величине тока НЭМ при включении насоса через равные интервалы времени от 5 до 120 мин (рисунок 1). При включении НЭМ через равные интервалы времени в герметичных ЭВП наблюдалось уменьшение значения максимального тока насоса (рисунок 1, а). В натекающих ЭВП при включении НЭМ наблюдали примерно равные показатели максимального тока или его увеличение (рисунок 1, б).

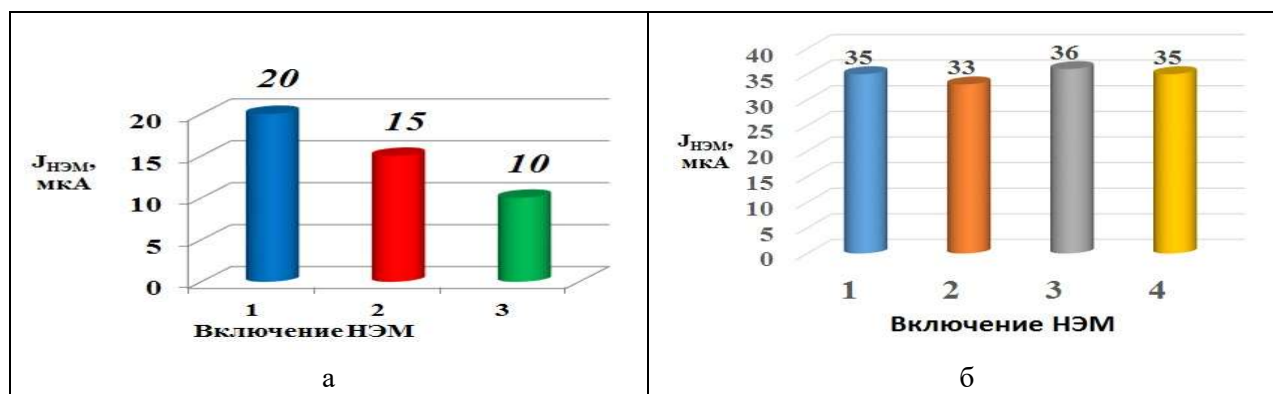


Рисунок 1. Определение герметичности ЭВП по максимальной величине тока НЭМ при включении насоса через равные интервалы времени (интервал включения 60 мин): герметичный ЭВП (а) и натекающий ЭВП (б).

При серийном выпуске ЭВП появилась необходимость дополнительной проверки на герметичность. Для этого был разработан метод с использованием источника постоянного напряжения работы НЭМ «Foton», имеющего высокую точность измерения тока до 1 нА. Метод основан на включении НЭМ через равные интервалы времени от 5 до 120 мин и исследовании кривых изменения тока насоса (рисунок 2). В герметичном ЭВП заложен физический механизм уменьшения источника газовой выделению в вакуумный объем прибора, поэтому величина тока, работающего НЭМ прибора без натекания, с каждым включением снижалась (рисунок 2, а). В натекающих приборах истощение источника газовой выделению не происходило, поэтому наблюдалось небольшое возрастание величины тока НЭМ (рисунок 2, б).

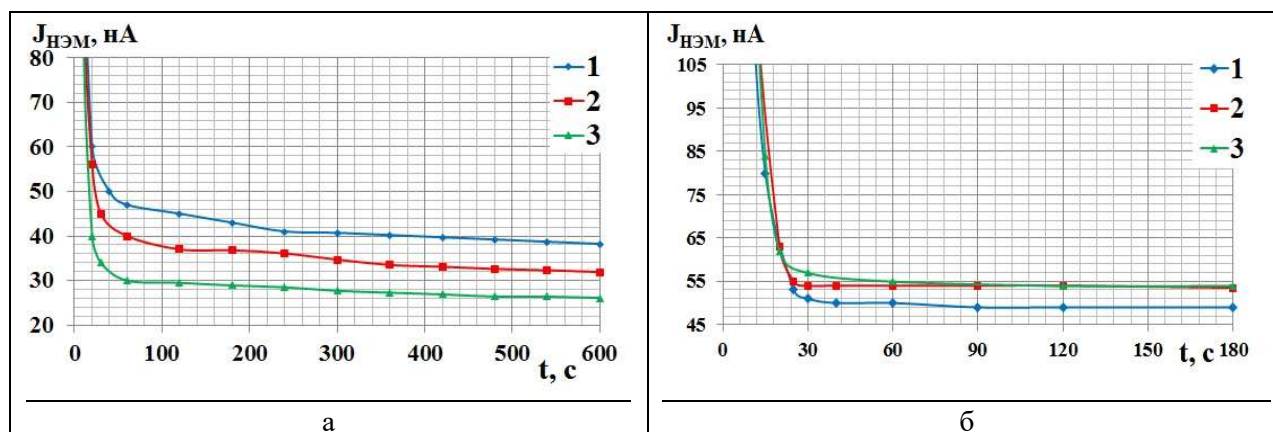


Рисунок 2. Зависимость тока НЭМ от времени: (1,2,3 – показание тока НЭМ при интервале между включениями насоса 60 мин): герметичный прибор (а) и натекающий прибор (б).

3. Влияние повышения давления остаточных газов на эмиссию термокатодов в МЛК и ЦЗУ

Известно, что металлопористые катоды обладают высокой восстановительной способностью после устранения течи в приборе по сравнению с оксидными катодами. Проведенный цикл экспериментальных исследований множества приборов позволил установить, что при ухудшении вакуума в процессе натекания до величины 10^{-2} Па в МЛК термоэлектронная эмиссия металлопористых катодов практически не менялась или восстанавливалась до начального значения. Необходимо отметить, что катодные подогревательные узлы клистронов в процессе ухудшения вакуума во время натекания находились все время в выключенном состоянии.

Взаимодействие с газами активного слоя оксидного катода приводит к ухудшению работы катода. Различают обратимое отравление (при термическом нагреве или активировании эмиссия восстанавливается) и необратимое (для возврата к первоначальным эмиссионным параметрам необходимо использовать значительный ресурс работы катода). Отравляющими оксидный катод газами являются: O_2 , CO_2 , H_2O . Такие газы, как CO и CH_4 могут активировать и отравлять оксидный катод, в зависимости от концентрации и температурных условий [7].

Катодно-подогревательный узел малолшумящих приборов ЦЗУ имеет пушку с молекулярно-напыленным оксидным катодом (МНОК) с толщиной эмиссионного покрытия 0,8–1 мкм [8]. Разложение карбонатов щелочно-земельных металлов МНОК в оксидное покрытие происходило при откачке ЦЗУ после обезгаживания распыляемых геттеров из сплава НТ-47. Известно, что распыляемые геттеры хорошо сорбирует кислородсодержащие газы CO , CO_2 , кроме инертных газов. В процессе обезгаживания геттеров в ЦЗУ уровень вакуума в приборе не допускался ниже 10^{-6} Па, для предотвращения «отравления» МНОК кислородом [9]. Нагрев оболочки ЦЗУ на откачном посту не превышал температуру 450°C . Установлено, что основными продуктами испарения при формовке МНОК являются: $Ba(OH)_2$, CO_2 , CO , O_2 , а обезгаженного МНОК – BaO , Ba , Sr [10].

Проведенные исследования натекающих приборов ЦЗУ с встроенным НЭМ до и после герметизации позволили установить, что при наличии в них течей эмиссионный ток катода резко падал в течение нескольких часов после активирования на тренировке. В этом случае место течи может быть обнаружено с использованием гелиевого течеискателя.

На рисунке 3а приведена недокальная характеристика МНОК при вакууме 10^{-7} – 10^{-8} Па в ЦЗУ. На рисунке 3б показаны характеристики при наличии микротечи в приборе. После 20 часов работы на термоэмиссионной тренировке ток катода снизился. Затем провели исследование натекающего прибора с использованием источника постоянного напряжения работы НЭМ «Foton» и обнаружили место микротечи по медному материалу. После устранения течи герметиком «Анатерм» вновь провели измерения и построили характеристики на 22 ч работы катода. Несмотря на включение работы геттера в приборе, произошло необратимое ухудшение

эмиссионных свойств МНОК из-за взаимодействия оксидного слоя с кислородом. Поэтому ток эмиссии МНОК не достиг своих первоначальных величин.

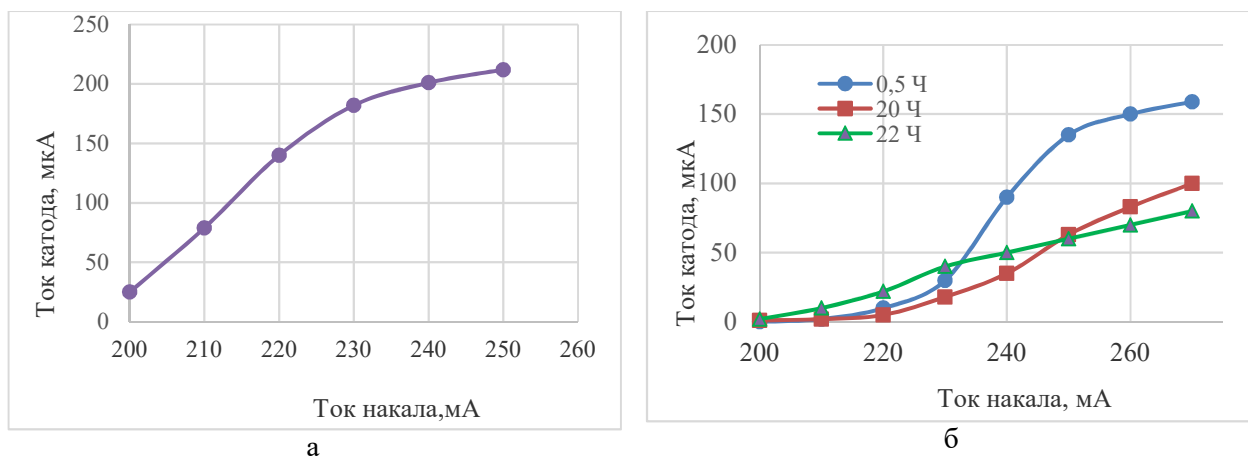


Рисунок 3. Зависимость тока катода от тока накала в ЦЗУ: ток катода в герметичном приборе при вакууме 10^{-7} - 10^{-8} Па (а) и падение эмиссии вследствие наличия микротечи в приборе (б).

Диагностика микротечей и последующая их герметизация в отпаянном ЦЗУ с НЭМ в первые 30 минут процесса термоэмиссионной тренировки прибора позволила восстановить эмиссию МНОК до требуемой величины после падения тока катода.

4. Выводы

1. Развитие современных источников постоянного напряжения с высокой точностью измерения токов НЭМ, позволило разработать новые методики определения герметичных и натекающих ЭВП, уменьшив время исследований отпаянных приборов до 3–8 часов.

3. Повышение давления остаточных газов в МЛК с металлопористыми катодами в процессе натекания не влияло на уменьшение тока эмиссии после герметизации течи.

3. Повышение давления остаточных газов в ЦЗУ с МНОК в процессе длительного натекания необратимо снижало термоэлектронную эмиссию, что исключало последующую возможность использования герметиков для устранения течей.

4. Ранняя диагностика и герметизация микротечей отпаянного ЦЗУ (в первые 30 минут процесса термоэмиссионной тренировки прибора) позволила восстановить эмиссию МНОК до требуемой величины.

Список литературы

- [1] Черепнин, Н.В. Вакуумные свойства материалов для электронных приборов / Н.В. Черепнин // Издательство «Советское радио». – Москва. 1966. – 343 с.
- [2] Черепнин, Н.В. Сорбционные явления в вакуумной технике / Н.В. Черепнин // М.: Советское радио. – 1973. – 384 с.
- [3] Вашин, С.А. Проблемы течеискания отпаянных ЭВП / С.А. Вашин, Е.П. Жукова, Н.Н. Климова, Г.Ф. Корепин, Н.В. Малькова, В.А. Смирнов, Л.А. Троицкая // Труды 22-й научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника». – 2015. – С. 64–67.
- [4] Васильев, Г.Л. Магниторазрядные насосы / Г.Л. Васильев. – М.: Энергия, 1970. – 112 с.
- [5] Вашин, С.А. Проблемы поиска сложных течей отпаянных ЭВП / С.А. Вашин, Г.Ф. Корепин, Н.Н. Климова // Электронная техника. Выпуск 2(529). – 2016. – С. 13 – 21.
- [6] Вашин, С.А. Разработка методики экспресс-проверки на герметичность отпаянных ЭВП СВЧ / С.А. Вашин, Д.А. Оселков // Тезисы докладов X-ой Научно технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина» 2020. – С. 14.

- [7] Никонов, Б.Н. Оксидный катод / Б.Н. Никонов // Москва. Энергия. –1979. –240 с.
- [8] Жабин, Г.А. О технологии изготовления молекулярно-напыленных оксидных катодов с повышенной плотностью тока / Г.А. Жабин // Сборник статей VII Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ». – Санкт-Петербург. СПбГЭТУ, 2018. – С. 182 – 186.
- [9] Жабин, Г.А. Влияние технологических факторов и качества применяемых материалов на электрические характеристики циклотронных защитных устройств / Г.А. Жабин, А.Н. Пашков, В.В. Федотов // Труды 29-й научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии–2022». – 2022. – С. 171 –175.
- [10] Клементьев, Ю.Ф. Масс-спектрометрическое исследование продуктов испарения молекулярно-напыленного оксидного катода / Ю.Ф. Клементьев, А.Я. Князев, Е.Н. Лифанов // Электронная техника. Сер. Электроника СВЧ. Вып. 10 (394), 1986. – С. 23–27.

Основные проблемы современных отечественных средств измерений, применяемых при контроле герметичности масс-спектрометрическими методами

Д М Фомин

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 190005, Санкт-Петербург Россия

E-mail: D.M.Fomin@vniim.ru

Аннотация. В статье рассматривается необходимость достаточного количества видов течеискателей масс-спектрометрических, мер потоков (течей гелиевых), их метрологическое обеспечение и проблемы, связанные с эксплуатацией на промышленных предприятиях РФ.

1. Введение

За 2022 год рынок оборудования современных средств измерений, применяемых при контроле герметичности масс-спектрометрическим методом, претерпел серьезные изменения в связи с введенными ограничениями на поставку импортных приборов. Произошло резкое сокращение доступных к приобретению средств измерений. Отечественные производители провели за год огромную работу по запуску производственных линий для серийного производства течеискателей масс-спектрометрических гелиевых, работы проведены колоссальные, особенно в условиях санкций. В своей статье я хотел бы описать три основные проблемы, на мой взгляд, производства и применения на предприятиях современных отечественных средств измерений, применимых при контроле герметичности масс-спектрометрическим методом.

2. Обеспечение промышленности необходимыми видами средств измерений отечественного производства

Основные средства измерений, применяемые для контроля гармоничности масс-спектрометрическим методом, являются течеискатели масс-спектрометрические гелиевые (далее по тексту – течеискатели) и меры потока (течи гелиевые). Течеискатель является высокочувствительным компаратором, предназначенным для сравнения величины неизвестного потока (например, от испытуемого объекта) с известным потоком (в частности от меры потока газа).

По состоянию на 2023 в РФ течеискатели серийно выпускают три частных предприятия. Такое количество предприятий, выпускающих однотипные приборы, на мой взгляд, позволяет поддерживать конкуренцию и способствует, в дальнейшем, значительно увеличить качество самих приборов.

ООО НПФ «Прогресс» провели модернизацию хорошо известного течеискателя МС-4, в частности обновили программное обеспечение, что позволило значительно упростить работу с прибором (при обновлении программного обеспечения были учтены замечания и предложения предприятий, эксплуатирующие прибор). Также запущена в производство новая модель течеискателя МС-7. Течеискатели МС-4 утверждены в качестве средств измерений и в случае необходимости подлежат поверке.

ООО «АС-Техникс» взяли на себя обязательства по продолжению выпуска течеискателей ТИ1-50, а также обслуживание ранее выпущенных приборов ОАО «Завод Измеритель», находящегося в завещающей стадии банкротства. Ключевые сотрудники завода смогли

продолжить работу на новом месте по изготовлению течеискателей ТИ1-50, ТИ-50И. В 2023 готовится к производству и испытаниям течеискатель нового поколения ТИ1-60 [1].

ООО «НПО «Геликон» наладили производство течеискателя ТИ1-50М «ГелиТест» [2]. Это абсолютно новый прибор с новым программным обеспечением и собственной вакуумной системой. Прибор является аналогом отечественных течеискателей. В 2023 запланированы испытания с целью утверждения типа средства измерений

Меры потока (течи гелиевые) позволяют настроить течеискатель для получения корректной количественной характеристики герметичности. На данный момент утверждены в качестве средств измерений и внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (Госреестр СИ) следующие типы мер потока (течей гелиевых) отечественного производства, приведенные в таблице 1.

Таблица 1. Меры потока (течи гелиевые), внесенные в Госреестр СИ отечественного производства.

п/п	Наименование СИ	Производитель	Диапазон значений воспроизводимого потока, Па·м ³ /с	Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения потока, %
1.	Гелит 1	РФ, СФ АО «НИИТФА»	$7 \cdot 10^{-10} - 2 \cdot 10^{-8}$	±15
2.	Гелит 2	РФ, СФ АО «НИИТФА»	$3 \cdot 10^{-11} - 7 \cdot 10^{-10}$	±20

СФ АО «НИИТФА» выпускает меры потока (течи гелиевые) Гелит 1 и Гелит 2 с середины XX века. Меры потока (течи гелиевые) Гелит 1 и Гелит 2 зарекомендовали себя с положительной стороны за долгие годы эксплуатации на предприятиях РФ, однако в последнее время самым распространенным нормативным документом, применяемым на предприятиях для проведения контроля на герметичность, является ГОСТ Р 50.05.01-2018. В соответствии с данным нормативным документом определены 5 классов герметичности объектов контроля. Для обеспечения проведения контроля герметичности на IV и V классы герметичности (от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ Па·м³/с) нет мер потока (течей гелиевых) отечественного производства утвержденного типа средства измерений.

3. Получение корректных количественных результатов измерений. Метрологическое обеспечение

На данный момент в РФ не существует первичного государственного эталона единицы потока газа в вакууме. Однако существует государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006, который получает размер единицы низкого абсолютного давления от ГЭТ 49-80.

Эталон принимал участие в международных сличениях по теме КООМЕТ 295/RU/2002, в данных сличениях ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» являлся пилотной лабораторией, а также в ключевых международных сличениях эталонов единицы потока газа в вакууме по теме ССМ.Р-К12 в которых принимало участие 11 ведущих стран в данной области измерений (Германия, США, Япония, Франция, Китай и др.). На основе полученных результатов эталон ГВЭТ 49-2-2006 подтвердил заявленные метрологические характеристики. Результаты ключевых международных сличений ССМ.Р-К12 опубликованы на сайте Международного бюро мер и весов (BIPM), а также в статье [3]. Основные метрологические характеристики ГВЭТ 49-2-2006 приведены в таблице 2.

Таблица 2. Основные метрологические характеристики ГВЭТ 49-2-2006.

Наименование основной метрологической характеристики	Значение
Диапазон воспроизведений (измерений) единицы потока газа в вакууме	от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$
Суммарная погрешность, характеризующаяся квадратическим отклонением ($S_{\Sigma 0}$) результата измерений	не более $S_{\Sigma 0}=(0,1 \div 0,015)$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-12}$ до $1 \cdot 10^{-9} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$; не более $S_{\Sigma 0}=0,015$ в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$

Рабочий эталон реализует несколько методов измерений потока газа вакууме, также для него разработана локальная поверочная схема для передачи размера единицы нижестоящим средствам измерений, в том числе течеискателям и мерам потока (течам гелиевым).

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» осуществляются работы по поверке, калибровке течеискателей и мер потока (течей гелиевых). Основным отличием калибровки от поверки является то, что при проведении процедуры поверки выполняется подтверждения соответствия средств измерений метрологическим требованиям (данные требования подтверждены в ходе проведения процедуры утверждения типа средства измерения), в процессе процедуры калибровки выполняется определение действительных значений метрологических характеристик средств измерений [4].

Также нашим предприятием осуществляются работы по аттестации испытательного оборудования. Аттестация испытательного оборудования при испытаниях на герметичность масс-спектрометрическими методами проводится на соответствие нормативным документам, применяемым при испытаниях на предприятиях различных отраслей промышленности. Наиболее распространёнными нормативными документами при испытаниях на герметичность масс-спектрометрическим методом являются ГОСТ Р 50.05.01-2018, ГОСТ 33257-2015, ОСТ 5.0170-81, ПНАЭ Г-7-019-89 [5].

4. Подготовка кадров

Одной из важнейших проблем получения достоверных показаний и правильной эксплуатации оборудования являются кадры. Для подготовки персонала необходимо проводить расширенное обучение работы на оборудовании. В подавляющем большинстве случаев персонал предприятий не понимает принципов работы приборов. За счет этого качество измерений даже на полностью исправных и поверенных (калиброванных) приборах резко снижается. ООО «Вактрон» проводит трехдневные курсы повышения квалификации «Основы течеискания и вакуумной техники», но этого явно недостаточно чтобы охватить весь объем информации и количество обучаемого персонала.

5. Выводы

Приятно, что есть частные отечественные предприятия, без государственного участия и поддержки, занимающиеся разработкой и производством отечественных течеискателей. Однако, хотелось бы, что бы качество приборов повышалось. Надеюсь, что в условия сложившейся конкуренции качество оборудования будет постоянно расти и в скором времени отечественные приборы выйдут на уровень импортных аналогов. Необходимо в ближайшее время наладить производство отечественных мер потока (течей гелиевых) для обеспечения проведения контроля герметичности на IV и V классы герметичности (от $5 \cdot 10^{-7}$ до $5 \cdot 10^{-4} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$) в соответствии с ГОСТ Р 50.05.01-2018.

Также стоит отметить, что для полноценного развития эталонной базы единицы потока газа в вакууме необходимо в ближайшие годы создать национальный первичный эталон, а также государственную поверочную схему.

Необходимо создать курсы повышения квалификации для обучения персонала работе с течеискателей и основам вакуумной техники.

Выполнение вышеперечисленных предложений позволит существенно повысить качество проводимых измерений с помощью течеискателей, тем самым повысить качество производимой продукции, сократить вероятность принятия ошибочного решения в отношении испытываемых объектов.

Список литературы

- [1] // Гелиевые течеискатели ТИ1-50: [сайт]. URL: <http://www.as-technics.ru/> (дата обращения: 29.май.2023).
- [2] // Течеискатель ТИ1-50М «ГелиТест»: [сайт]. URL: <http://www.gelikonspb.ru/> (дата обращения: 29.май.2023).
- [3] K. Jousten, K. Arai, U. Becker, O. Bodnar, F. Boineau, J. A. Fedchak, V. Gorobey, Wu Jian, D. Mari, P. Mohan, J. Setina, M. Vicar, Yu Hong Yan. Draft B report Results and evaluation of key comparison CCM.P-K12 for very low helium flow rates (leak rates), Metrologia, 2013, p. 50.
- [4] Д.М. Фомин, А.А. Пименова Калибровка течеискателей масс-спектрометрических гелиевых. «Вакуумная наука и техника» Материалы XXVIII научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов под редакцией доктора технических наук, профессора С.Б. Нестерова, 2021, стр. 80-84.
- [5] Д.М. Фомин. Аттестация испытательного оборудования при испытаниях на герметичность масс-спектрометрическим методом. НАНОИНДУСТРИЯ. СПЕЦВЫПУСК 2021 (6s, том 14), 2021, стр. 265-271. DOI: 10.22184/1993-8578.2021.14.6s.265.271.

Применение масс-спектрометрии для оптимизации процесса термовакuumной обработки ЭВП СВЧ

Д К Черченко, Ю Н Парамонов, Д А Калашников и В М Саблин
АО «НПП «Торий», г. Москва

E-mail: cherchenko.dk@toriy.ru

Аннотация. В настоящей работе описано влияние вакуумных условий на работоспособность ЭВП СВЧ, приведены наиболее часто встречающиеся примеры негативного воздействия некачественной остаточной среды на элементы прибора, дано описание масс-спектрометрического метода и общие сведения об устройстве квадрупольномасс-спектрометра. Представлен обзор актуальных результатов, полученных АО «НПП «Торий» по данной проблематике: приведены некоторые статистические данные по применению масс-спектрометрии на предприятии, показаны промежуточные результаты по направлению разработки автоматизированного алгоритма обработки масс-спектров, описан план дальнейших экспериментальных и аналитических исследований в данном направлении.

1. Введение

Верхний предел давления остаточного газа в пространстве взаимодействия ЭВП СВЧ, при котором обеспечивается нормальное функционирование прибора, определяется допустимой интенсивностью взаимодействия пучка заряженных частиц с остаточным газом. Данное взаимодействие ухудшает качество пучка или вовсе разрушает его. При этом может происходить неконтролируемое оседание электронного потока на канал транспортировки, приводящее к его разрушению.

Так же отличительной особенностью ЭВП СВЧ является высокая межэлектродная электрическая прочность, достигаемая за счет того, что высокий вакуум является идеальным изолятором. Данное свойство позволяет получать сильные электростатические поля при сравнительно небольших значениях электрического напряжения за счет малых расстояний между электродами [1].

Таким образом, для устойчивой, долговечной работы прибора принципиально сохранение полученного давления при условиях, характеризующих рабочие режимы прибора, а именно значительного разогрева его внутренних элементов потоком электронов и СВЧ электромагнитными полями [1].

При этом в динамическом режиме работы прибора возникают специфические явления, вызывающие стимулированное газовыделение в вакуумный объем прибора:

1. Газовыделение с приповерхностных слоев электродов при их электрическом пробое;
2. Газовыделение с катода при токоотборе;
3. Газовыделение с внутренних поверхностей при их взаимодействии с электронным потоком;
4. Газовыделение с внутренних поверхностей при их нагреве СВЧ полями и токами [1];

Повышение давления за счет данных явлений, в свою очередь, помимо ухудшения качества пучка, может приводить и к последствиям, описанным ниже.

2. Негативные явления в вакууме

Первое и наиболее распространенное явление – электрический пробой, т.е. возникновение между электродами электрического разряда с резко падающей вольт-амперной характеристикой [2].

В высоковакуумной области напряжение возникновения разряда и другие характеристики разрядов определяются процессами на электродах и в продуктах, выделяющихся из электродов. Давление же и состав остаточных газов играют роль лишь в той мере, в какой они влияют на состояние электродной поверхности [2]. Однако, в зависимости от величины и характера первичного газовыделения (например, при локальном увеличении давления при электронной бомбардировке плохо обезгаженной поверхности), а также от интенсивности вторичного газовыделения, вызванного перегревом поверхности электродов, между электродами вакуумного СВЧ прибора возможно возникновение двух видов электрических пробоев – искрения и дугового разряда.

При искрении, вследствие преобладания нейтрализации ионов над ионизацией молекул газа и быстрого уменьшения концентрации молекул в межэлектродном пространстве за счет диффузии в соседние области, электрическая прочность межэлектродного промежутка быстро восстанавливается. Последствия искрений приведены на рисунке 1а.

Если искрение сопровождается дальнейшим увеличением концентрации ионов и молекул в области разряда, то в промежутке разряда резко увеличивается ток и поверхности электродов плавятся и расплываются. Пары металла ионизируются, и начинается их перенос с одного электрода на другой, т.е. возникает электрическая дуга (рисунок 1, б) [1].

Возникновение электрических пробоев и газовыделение при этих пробоях являются неизбежными процессами. Они приводят к нарушению стабильности работы прибора, изменению внутренней конфигурации поверхности, непредсказуемому изменению электродинамических условий работы или гибели прибора. Таким образом, для снижения интенсивности данных явлений необходима качественная термовакuumная обработка прибора.

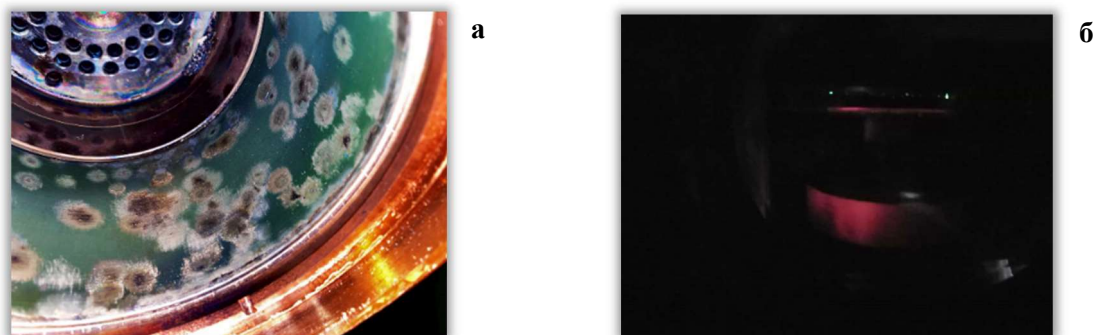


Рисунок 1. Искрения между катодом и пушечным магнитным экраном (а), свечение дугового разряда внутри корпуса прибора (б).

Другим явлением, возникающим при повышении давления в приборе, является ионная бомбардировка катодов, характеризующаяся образованием в центре катода ионного пятна (рисунок 1, а). Механизм его образования заключается в том, что ионизированные потоком электронов молекулы остаточного газа накапливаются вблизи оси пучка, где находятся в устойчивом состоянии (рисунок 2, б). При этом наблюдается частичная нейтрализация пространственного заряда, приводящая к сужению пучка и образованию «ионного шнура» вблизи оси пучка [3]. Данный «шнур» замыкается на катоде и те ионы, которые попали в зону действия ускоряющего напряжения катодной пушки, приобретая кинетическую энергию, бомбардируют его центр. При этом происходит эмиссия атомов и молекул активного слоя катода и как следствие его эрозия (зачастую ионная бомбардировка выбивает не только эмитирующее покрытие, но и kern катода, прожигает отверстие в катоде и подогревателе). После длительной работы в условиях плохого вакуума происходит уменьшение первеанса, значительное ухудшение формирования пучка и увеличение работы выхода электронов с катода [3].

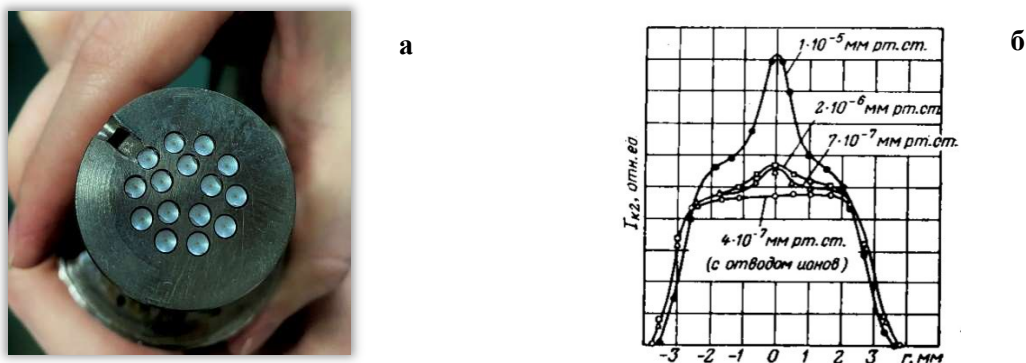


Рисунок 2. Ионная бомбардировка катода (а), распределение плотности тока по сечению пучка при различных значениях давления остаточных газов (б).

Еще одним явлением, встречающимся при повышении давления в приборе, является отравление катода остаточными газами. Данное явление характеризуется быстрым снижением эмиссионной способности катода вследствие химического взаимодействия с молекулами газовой среды (рисунок 3, б) [4]. Отравленный при потере вакуумной плотности (в рабочем состоянии) металлопористый катод представлен на рисунке 3а.

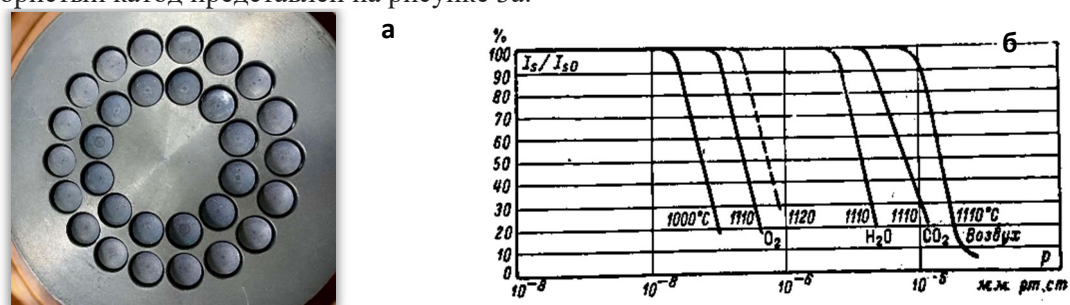


Рисунок 3. Отравленный металлопористый катод (а), изменение эмиссии металлопористого катода при воздействии различных газов (б).

Таким образом очевидна необходимость в создании качественной остаточной среды в вакуумном объеме прибора. Для достижения этой цели при изготовлении приборов принимаются специальные меры по удалению газов, растворенных внутри или находящихся на поверхности деталей и элементов конструкции, например, отжиг деталей в вакууме, пайка и сварка узлов в среде защитного газа или вакууме, прогрев прибора до максимально допустимой температуры при откачке и др. При этом, несмотря на то, что на итоговое давление в пространстве взаимодействия прибора в большей или меньшей степени влияют все технологические операции, предшествующие снятию сборочной единицы с откачного поста после отпая, наибольшее влияние, очевидно, оказывает операция термовакuumной обработки. Как следствие, дальнейшее совершенствование ЭВП возможно только в тесной связи с развитием средств и технологии откачки.

3. Масс-спектрометрический метод

Исходя из всего вышеописанного, очевидна необходимость, во-первых, контроля остаточной среды в приборах, и во-вторых, необходимость понимания десорбционных процессов, происходящих как при термовакuumной обработке приборов, так и при его эксплуатации.

Ввиду того, что в большинстве современных ЭВП парциальное давление по каждому компоненту остаточной среды должно составлять не более 10^{-8} торр, в настоящее время, для изучения подобных физико-химических процессов, наиболее удобным и информативным является масс-спектрометрический метод, позволяющий определять состав и парциальные

давления остаточных компонентов газовой смеси, а также отслеживать динамику изменения данных характеристик на различных этапах термовакuumной обработки или работы прибора.

При этом, поскольку масс-спектр отображается на экране ЭВМ в реальном времени, для каждого прибора в индивидуальном порядке возможна корректировка технологии откачки (длительности отдельных её этапов или температурных режимов) в зависимости от того, достиг ЭВП требуемого показания критерия качества термовакuumной обработки или нет. Данный подход позволяет снизить процент некачественных приборов, выявленных на этапе динамических испытаний.

Наибольшее распространение для подобных задач получил квадрупольный масс-спектрометр. На рисунке №4 представлены основные элементы анализатора:

- Источник ионов, где молекулы остаточного газа ионизируются, фокусируются и ускоряются;
- Квадрупольный масс-фильтр, необходимый для пропускания ионов только с заданным отношением массы к заряду;
- Коллектор ионов (детектор), необходимый для регистрации прошедших через фильтр частиц [5].

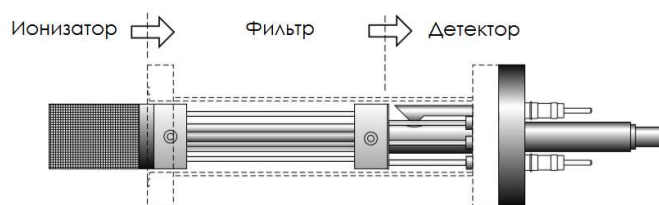


Рисунок 4. Основные элементы анализатора квадрупольного масс-спектрометра.

4. Результаты

Ввиду потребности предприятия в актуализации технологий термовакuumной обработки приборов, поскольку большая их часть была составлена более 20 лет назад с использованием омегатронов ИПДО-2, не отвечающих современным требованиям к чувствительности и точности измерений, при изготовлении активно используются современные квадрупольные масс-спектрометры. На начало 2023 года 65% от всех типов приборов, изготавливаемых на предприятии, прошли масс-спектрометрию при термовакuumной обработке. Для 12% от всех типов приборов в технологию обработки были внесены изменения. При этом, в среднем, время их обработки удалось сократить на 6-10% благодаря снижению брака по вакууму. Периодически для отдельных приборов, проходящих операцию термовакuumной обработки, в технологию вносились разовые изменения с целью проверки различных гипотез по оптимизации технологического процесса. Ввиду проведения большого количества масс-спектрометрических измерений, был накоплен большой массив «сырых» данных, быстрая и удобная обработка которых не представляется возможной. Для решения данной задачи на предприятии активно разрабатывается программное обеспечение, обрабатывающее исходные данные (обработка включает в себя, например, фильтрацию шума, поиск пиков, их интерпретация и т.д.) и визуализирующее их в удобном для дальнейшего анализа виде графика парциальных давлений компонентов от времени с указанием различных параметров обработки. Пример работы программы представлен на рисунке 5.

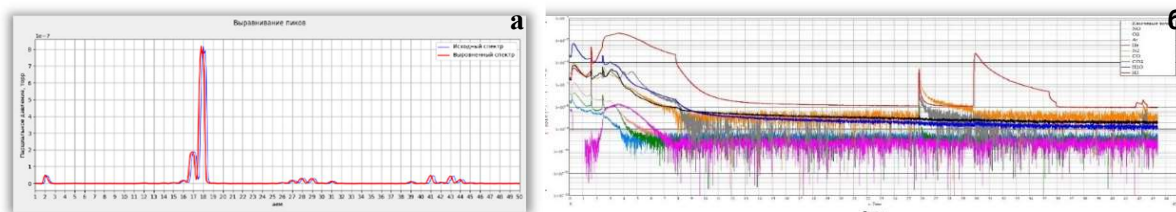


Рисунок 5. Один из этапов обработки масс-спектра (а), визуализация результата (б).

5. Выводы

План дальнейших исследований включает в себя следующие этапы:

- Доработка алгоритмов обработки масс-спектров;
- Сбор достаточной для последующего анализа базы данных масс-спектров приборов;
- Определение экспериментальных констант газовыделений материалов для условий термовакuumной обработки ЭВП;
- Разработка математической модели процесса термовакuumной обработки ЭВП СВЧ.

Список литературы

- [1] Мирошников Ю.А. Техника тренировки и динамических испытаний СВЧ ЭВП. М.: изд. МИРЭА, 1991. 235 с.
- [2] Сливков И.Н. Процессы при высоком напряжении в вакууме. – М.: Энергоатомиздат, 1986. –256 с.: ил.
- [3] Алямовский И.В. Электронные пучки и электронные пушки. –М.: Советское радио, 1966. – 231 с.
- [4] Кудинцева Г.А., Мельников А.И. и др. Термоэлектронные катоды. М.-Л: изд. «Энергия», 1966. 368 с.
- [5] Демихов К.Е., Панфилов Ю.В., Никулин Н.К. и др. Вакуумная техника. Справочник. М.: Машиностроение, 2009. 590 с.

Вакуумные технологии в космической и атомной отраслях

Наземный измерительно-калибровочный комплекс на основе крупногабаритной криогенно-вакуумной камеры для радиометрической калибровки аппаратуры ДЗЗ

С М Зорин, Д О Трофимов и Ю М Гектин

Акционерное общество «Российская корпорация ракетно-космического приборостроения и информационных систем», 111250, Москва, Россия

E-mail: zorin_sm@spacecorp.ru, trofimov_do@spacecorp.ru

Аннотация. Описаны основные требования к стендовой базе для наземной радиометрической калибровки целевой аппаратуры инфракрасного (ИК) диапазона космических аппаратов дистанционного зондирования Земли (ДЗЗ) и соответствующие требования к метрологическому обеспечению. Показана актуальность проведения работ по созданию современного наземного измерительно-калибровочного комплекса (ИКК) для прецизионной радиометрической калибровки оптико-электронной аппаратуры ДЗЗ в ИК области спектра. Учет технических требований для перспективной целевой аппаратуры инфракрасного диапазона ведет к необходимости создания ИКК на основе крупногабаритной криогенно-вакуумной камеры с криогенными экранами, которые обеспечивают низкофоновые вакуумные условия, имитирующие космическое пространство.

1. Введение

В России в настоящее время находятся в эксплуатации и разработке многоспектральные ИК радиометры для космических аппаратов (КА) ДЗЗ различного назначения (гидрометеорологического, природоресурсного, чрезвычайных ситуаций, высокодетального наблюдения и т.д.), которые должны обеспечивать отечественных потребителей независимыми данными космических съемок в ИК диапазоне спектра от 3...14 мкм.

В связи с расширением круга решаемых задач средствами ДЗЗ ИК диапазона, количественным и качественным ростом спутниковой группировки ДЗЗ, актуальным представляется проведение работ по созданию современного наземного ИКК для прецизионной радиометрической калибровки целевой аппаратуры (ЦА) ДЗЗ инфракрасного диапазона.

Особенность разрабатываемой в АО «Российские космические системы» оптико-электронной ЦА ДЗЗ ИК диапазона состоит в том, что она должна обеспечить не только функцию наблюдения и получения качественного изображения в ИК области спектра, но также должна обладать измерительными функциями с привязкой получаемых радиометрических данных к государственным эталонам. Данная проблема решается в процессе наземной радиометрической калибровки ЦА с учётом условий штатной эксплуатации в космосе. При этом для повышения качества калибровки с учетом повышенных требований к перспективной аппаратуре предлагается создание ИКК на основе крупногабаритной криогенно-вакуумной камеры с криогенными экранами для создания низкофоновых вакуумных условий, имитирующих космическое пространство.

2. Особенности радиометрических измерений

Многозональные сканирующие устройства (МСУ) ИК диапазона, разрабатываемые АО «Российские космические системы», проходят процедуру радиометрической калибровки, которая необходима для измерения абсолютных значений эффективной энергетической яркости (ЭЭЯ) объектов $L_{эф}^n(1)$ в видимом и ближнем ИК диапазоне спектра 0.4...2.5 мкм, а также ЭЭЯ

и радиационной температуры в тепловом ИК диапазоне излучения 3...14 мкм для каждого спектрального канала аппаратуры.

$$L^n_{эф} = \int_0^{\infty} L(\lambda) S_n(\lambda) d\lambda, \quad (1)$$

где $L^n_{эф}$ – ЭЭЯ объекта, измеряемая в канале n ; λ – длина волны; $L(\lambda)$ – спектральная плотность энергетической яркости (СПЭЯ) объекта; $S_n(\lambda)$ – относительная спектральная чувствительность канала n МСУ.

Под радиометрической калибровкой МСУ понимают процедуру формирования характеристики преобразования для каждого спектрального канала как зависимости выходного сигнала от ЭЭЯ или эквивалентной радиационной температуры образцового излучателя (с учётом оговоренной точности и прослеживаемости к государственным эталонам).

При этом требования по точности измерения радиационной температуры [1] для перспективной аппаратуры ДЗЗ ИК диапазона гидрометеорологического назначения лежат в следующих пределах: температура поверхности океана – до 0.1 К (стабильность за десятилетие – до 0.01 К); температура в слоях тропосферы, стратосферы и паров воды – 0.5...1.0 К (стабильность за десятилетие – 0.03...0.08 К). Таким образом, с учетом минимизации погрешностей измерений радиационной температуры при проведении калибровки, радиометрические требования для перспективного наземного ИКК должны быть еще выше.

При наземных испытаниях в условиях, имитирующих космическое пространство, предлагаемый комплекс позволит обеспечить:

- точную радиометрическую калибровку ЦА ИК диапазона;
- фокусировку и юстировку оптико-электронной аппаратуры;
- тепловакуумные испытания;
- испытания радиационных систем охлаждения.

3. Состав и характеристики измерительно-калибровочного комплекса

Основой перспективного наземного измерительно-калибровочного комплекса является крупногабаритная криогенно-вакуумная камера (Рисунок 1). Основные примененные в разработке технические решения защищены патентом [2].

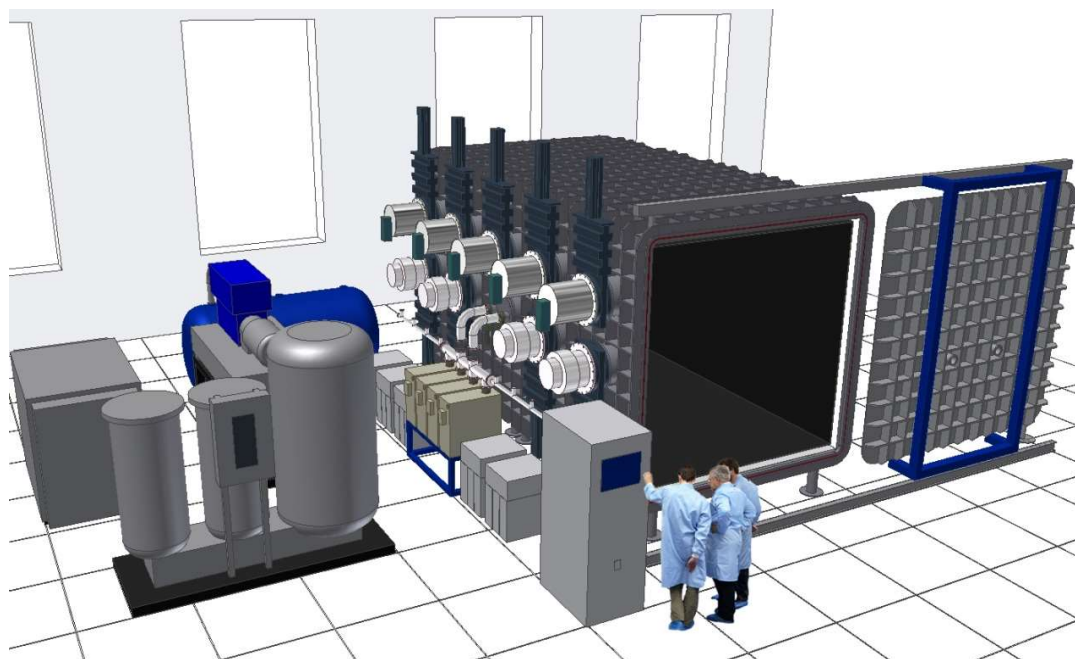


Рисунок 1. Общий вид измерительно-калибровочного комплекса ИК диапазона.

С учетом проведенного анализа и расчетов были выработаны основные требования к ИКК для испытаний и калибровки перспективной аппаратуры ДЗЗ ИК диапазона:

- размеры рабочего внутреннего пространства не менее 2500×2500×5000 мм (Ш×В×Д);
- давление остаточных газов не выше 10^{-6} мм рт. ст.;
- безмасляная система откачки;
- наличие криогенных экранов с температурой до 77 К для обеспечения низкофоновых тепловых условий внутри камеры;
- наличие криопанели радиационного захлаживания с температурой от 10...30 К;
- наличие вакуумных фланцев и переходников для обеспечения электрических соединений, подачи теплоносителей и жидкого азота, установки ИК излучателей, монохроматоров и спектрометров;
- масса загружаемой аппаратуры не менее 500 кг;
- наличие транспортно-подъемной системы, обеспечивающей загрузку и выгрузку аппаратуры и приборов;
- возможность формирования в рабочем пространстве камеры заданной оптической схемы измерений;
- масс-спектрометр для контроля остаточной атмосферы;
- автоматическое открытие передней двери камеры при помощи системы линейного перемещения;
- автоматизированное рабочее место для управления и контроля основных параметров.

При изготовлении корпус камеры будет состоять из нескольких сегментов (оптимально 5 штук) прямоугольного сечения с ребрами жесткости. Масса одного сегмента не более трех тонн. Сегменты камеры стягиваются между собой болтами с помощью фланцевых соединений через прокладки из резиновой смеси.

Внутри камеры вакуумной располагается составная плоская азотная криопанель (температура около 77 К), предназначенная для экранирования излучения от стенок камеры в ИК диапазоне. Криопанель заливного типа. Сегменты криопанели крепятся к стенкам корпуса камеры и к дверям камеры, обеспечивая, таким образом, полную экранировку расположенных внутри объектов.

На рисунках 2 и 3 в качестве иллюстрации влияния фоновых излучений показаны рассчитанные по формуле Планка спектральные характеристики СПЭЯ МЧТ и фонового излучения в спектральных зонах 5 и 6 канала МСУ-МР [3]. Из приведенных расчётов следует, что при температуре стенок камеры от 77...100 К тепловым фоновым излучением можно пренебречь т.к. значения его СПЭЯ в сотни раз меньше СПЭЯ излучения объектов с температурой 190 К даже для длинноволновых ИК каналов 10...14 мкм.

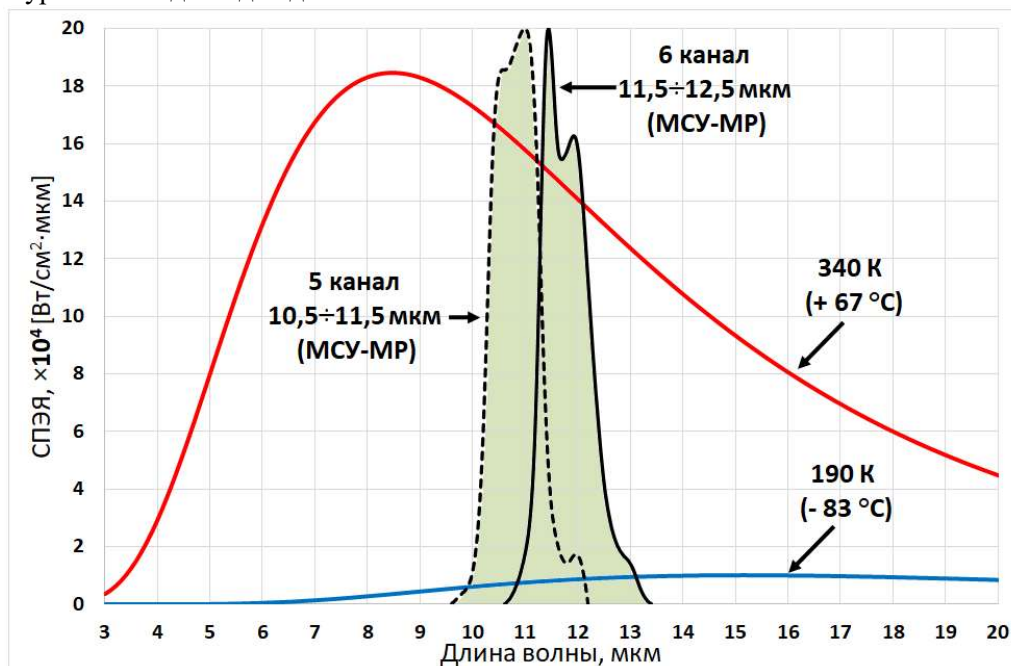


Рисунок 2. Рассчитанные значения СПЭЯ МЧТ для граничных значений рабочего диапазона температур (190 К - синий и 340 К - красный) в спектральных зонах 5 и 6 канала МСУ-МР [3].

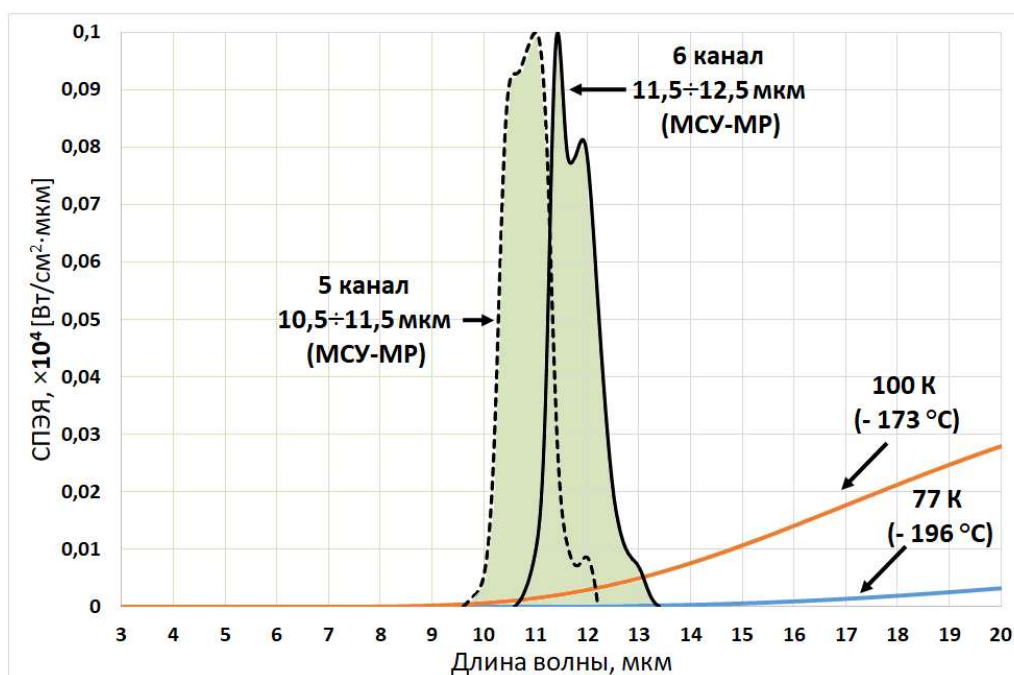


Рисунок 3. Рассчитанные значения СПЭЯ фонового излучения для температур 77 К (синий) и 100 К (красный) в спектральных зонах 5 и 6 канала МСУ-МР [3].

Кроме того, для испытаний радиационных систем охлаждения предлагается внутри камеры оборудовать низкотемпературную криопанель на основе криорефрижера замкнутого цикла с рабочей температурой не более 30 К.

Система вакуумной откачки (СВО) рассчитана, исходя из необходимости откачки камеры вакуумной от атмосферного давления до значения рабочего давления 5×10^{-4} Па за время, не превышающее четырех часов. При расчете СВО учитывался поток газа, поступающий в вакуумную систему, который складывается из газоотделения стенок вакуумной системы, обращенных в вакуумную полость; потока газов, поступающих в вакуумную систему вследствие проницаемости стенок вакуумной камеры; потока газов, поступающих в вакуумную камеру через уплотнения разборных соединений, и потока газов, поступающих из расположенной внутри камеры аппаратуры. Основным вклад в суммарный поток вносит газоотделение с внутренних стенок камеры вакуумной, что обусловлено большой суммарной площадью внутренних стенок камеры, стенок азотной криопанели и теплоизоляционного экрана. В этой связи основным требованием к безмасляным средствам откачки, применяемым в СВО, является их высокая производительность. Исходя из вышесказанного, в качестве основных средств получения высокого вакуума предпочтительны современные криогенные насосы и турбомолекулярные насосы на магнитном подвесе.

Основы методологии и проблемы метрологического обеспечения прецизионной калибровки с использованием образцовых моделей черных тел (МЧТ), разработанных ФГУП «ВНИИОФИ», описаны в работах [4, 5, 6]. Основные отличия и особенности компоновки измерительной системы для радиометрической калибровки ЦА, предложенные АО «Российские космические системы», описаны в патенте [7].

Основными элементами измерительной системы радиометрической калибровки ЦА в диапазоне 3...14 мкм являются набор излучателей в виде моделей черных тел, установленные внутри камеры подвижные платформы, блок оптики, фокусирующей излучение МЧТ на вход инфракрасного Фурье-спектрометра, подсоединенного через входное окно вакуумной камеры. С целью оценки пространственной равномерности излучения по рабочей поверхности МЧТ предполагается изготовление двухкоординатного сканера с установленным на нем ИК радиометром (погрешность позиционирования не более ± 0.1 мм).

Комплект МЧТ для ИКК включает: широкоапертурную модель черного тела (ШМЧТ) с диапазоном температур (таблица 1) и апертурой, полностью перекрывающей апертуру калибруемой аппаратуры; прецизионную модель черного тела (ПМЧТ) с высоким коэффициентом излучательной способности, с диапазоном температур, равным диапазону температур ШМЧТ и апертурой не менее $\varnothing 20$ мм; МЧТ при температуре фазового перехода галлия (ГаМЧТ) и МЧТ при температуре жидкого азота (АМЧТ). Данный комплект излучателей позволяет откалибровать ШМЧТ в единицах СПЭЯ в заданном диапазоне температур в вакууме и низкофоновых тепловых условиях внутри камеры. Измерения СПЭЯ, воспроизводимой ШМЧТ, проводятся методом компарирования его излучения и излучения ПМЧТ, которая, в свою очередь, получает единицу СПЭЯ от эталонной ГаМЧТ. При этом ИК Фурье-спектрометр используется в качестве компаратора.

Таблица 1. Основные технические требования к составным частям ИКК.

Характеристика	Значение
Спектральный диапазон	3...14 мкм
Размеры рабочего внутреннего пространства криогенно-вакуумной камеры	$2,7 \times 2,7 \times 5,0$ м
Давление остаточных газов в рабочем пространстве камеры	10^{-6} мм рт.ст.
Температура азотных экранов камеры	77...100 К
Диаметр апертуры источника излучения ШМЧТ	450 мм
Температурный диапазон источника излучения ШМЧТ	-60...+130 °С

Рабочая температура полости ГаМЧТ	29,76 °С
Диаметр выходного отверстия ГаМЧТ	20 мм
Эффективная излучательная способность ГаМЧТ	не менее 0,9998

Для измерения относительной спектральной чувствительности ЦА предполагается использовать высокотемпературную модель черного тела МЧТ-3400, инфракрасный монохроматор, вакуумный инфракрасный радиометр и комплект зеркал коллиматора (рисунок 4).

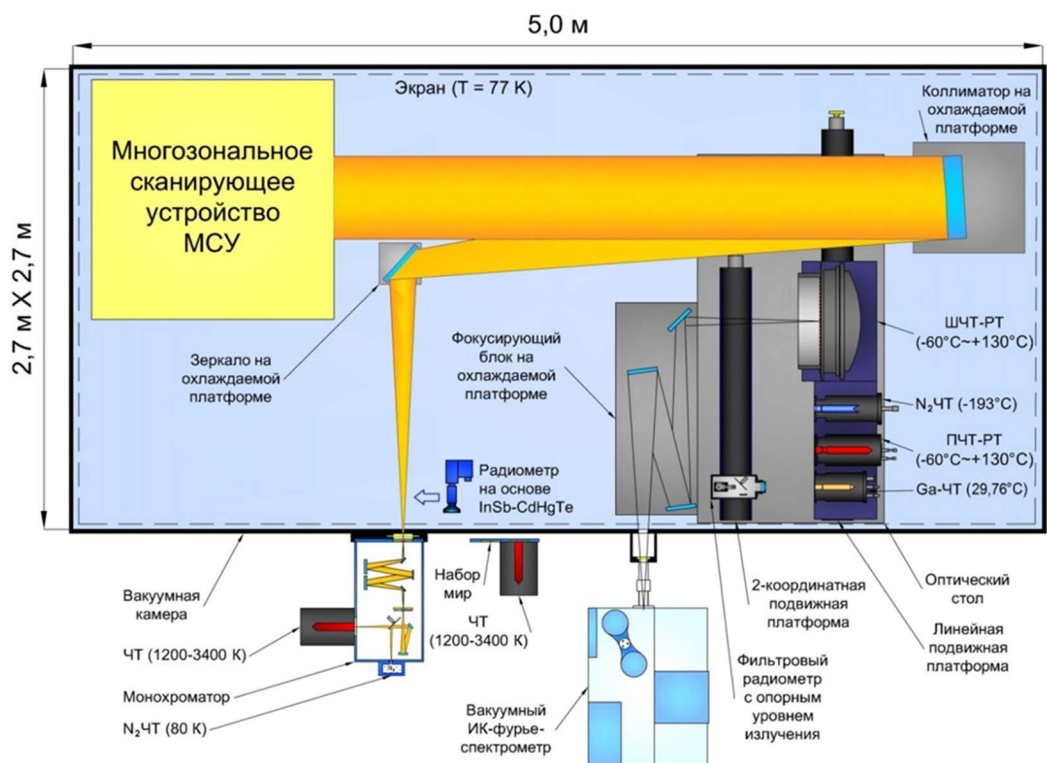


Рисунок 4. Оптическая схема при измерениях относительной спектральной чувствительности в диапазоне длин волн 3...14 мкм.

При измерении абсолютной спектральной чувствительности апертура ЦА полностью перекрывается излучением выходной апертуры ШМЧТ с измеренным заранее СПЭЯ для каждой температуры калибровки (рисунок 5).

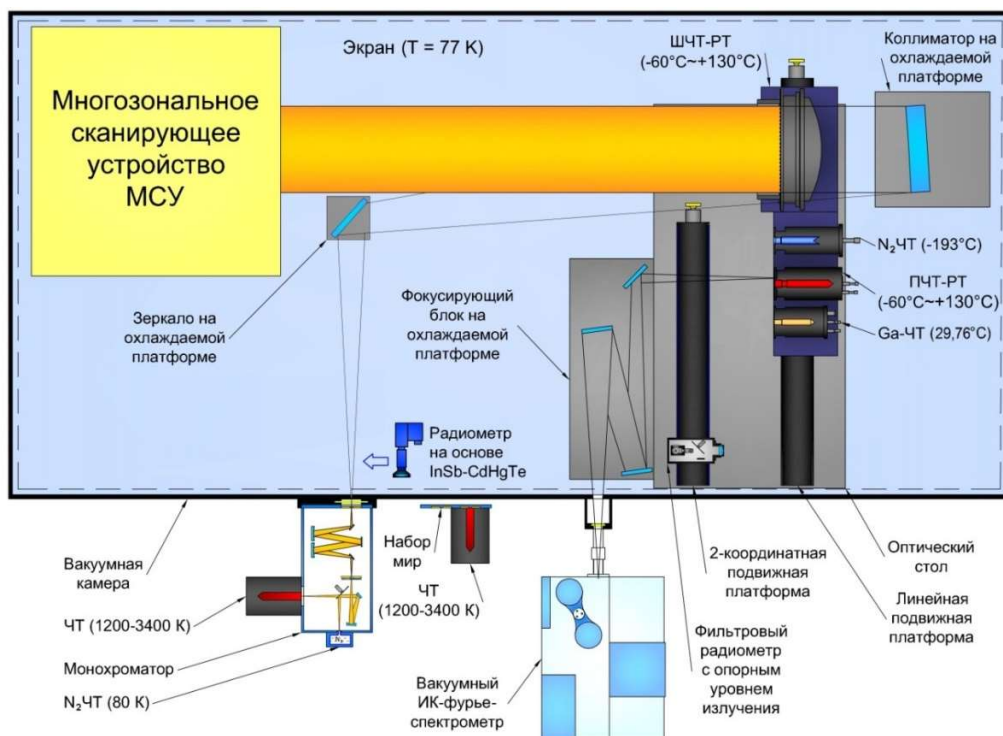


Рисунок 5. Схема установки для наземной радиометрической калибровки ЦА ДЗЗ по абсолютной спектральной чувствительности в диапазоне длин волн 3...14 мкм.

Разработанная функциональная схема измерений предполагает четыре режима работы ИКК в диапазоне длин волн 3...14 мкм:

- режим радиометрической калибровки ЦА ДЗЗ (МСУ) по абсолютной спектральной чувствительности;
- режим калибровки по относительной спектральной чувствительности ЦА ДЗЗ;
- режим измерения СПЭЯ источника излучения ПМЧТ с регулируемой температурой;
- режим измерения СПЭЯ и пространственной равномерности излучения по рабочей поверхности ШМЧТ.

4. Выводы

Наиболее сложной, дорогостоящей и требующей обновления составной частью системы сквозного контроля качества ЦА ДЗЗ ИК диапазона является наземный измерительно-калибровочный комплекс, который должен обеспечить настройку, юстировку и точную радиометрическую калибровку перспективной ЦА в условиях приближенных к условиям штатной эксплуатации в космосе с учетом требований к габаритам аппаратуры, массе, диаметру входного окна, рабочим спектральным и температурным диапазонам, радиометрической и геометрической точности при условии минимизации погрешностей проводимых измерений.

Важным преимуществом предлагаемого проекта является возможность проведения калибровочных работ в процессе изготовления и контроля метрологических характеристик аппаратуры на территории АО «Российские космические системы», непосредственно в месте дислокации производственных участков. Это позволит оперативно проводить работы при минимальном расходе времени на транспортировку в сторонние испытательные центры, исключая дополнительные процедуры упаковки, проверки и входного контроля.

Список литературы

- [1] Datla R U, Rice J P, Lykke K R, Johnson B C, Butler J J and Xiong X Best Practice Guidelines for Pre-Launch Characterization and Calibration of Instruments for Passive Optical Remote Sensing 2011 *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, **116** 621-646
- [2] Ю М Гектин, С М Зорин, Д О Трофимов, Р В Андреев, *Криогенно-вакуумная установка*, (Российская Федерация патент № 2678923), 04.02.2019, Бюл. № 4
- [3] Акимов Н П, Бадаев К В, Гектин Ю М и др. Многозональное сканирующее устройство малого разрешения МСУ-МР для космического информационного комплекса «Метеор-М». Принцип работы, эволюция, перспективы 2015 *Ракетно-космическое приборостроение и информационные системы Т. 2, № 4* 30-39
- [4] Морозова С П, Саприцкий В И, Гаврилов В Р, Дунаев А Ю, Бормашов В С, Гектин Ю М, Зорин С М и Трофимов Д О Методы и средства предполетной радиометрической калибровки оптико-электронной аппаратуры дистанционного зондирования Земли в инфракрасном диапазоне спектра 2021 *Материалы докладов XVII научно-технической конференции «Системы наблюдения, мониторинга и дистанционного зондирования Земли»* 242-247
- [5] Sapritsky V I, Krutikov V N, Ivanov V S, Panfilov A S, Pavlovich M N, Burdakin A A, Rakov V V, Morozova S P et al. Current activity of Russia in measurement assurance of Earth optical observations 2012 *Metrologia* **49** 9–16
- [6] Ogarev S A, Morozova S P, Katysheva A A, Lisiansky B E and Samoylov M L Blackbody Radiation Sources For IR Spectral Range 2013 *Conference: 9th International Temperature Symposium on Temperature - Its Measurement* **1552** 654
- [7] Ю М Гектин, С М Зорин, Д О Трофимов, Р В Андреев, *Способ радиометрической калибровки, контроля характеристик и испытаний оптико-электронных и оптико-механических устройств и криогенно-вакуумная установка, реализующая этот способ*, (Российская Федерация патент № 2715814), 03.03.2020, Бюл. № 7

Вакуумные камеры для охлаждения ФПУ в составе комплекса аппаратуры для наземных испытаний астрофизической обсерватории «Спектр-УФ»

Г М Бубнов, В Ф Вдовин, А И Елисеев, В В Корчагин, И В Леснов, М А Мансфельд и Н В Тятюшкин

Институт прикладной физики им. А.В. Гапонова-Грехова Российской академии наук, 603950, г. Нижний Новгород, Россия

E-mail: marym@ipfran.ru

Аннотация Были разработаны и изготовлены макетные образцы вакуумных камер для охлаждения Фотоприемных Устройств (ФПУ), предназначенных для астрокосмических наблюдений в области излучения Ультрафиолетового (УФ) диапазона длин волн. Представлена также транспортная жидкостная система охлаждения азотного уровня температур для криостатирования набора трех Блоков Приема Излучения (БПИ), используемых для наземных испытаний, в составе Комплекса аппаратуры космической обсерватории Спектр-УФ.

1. Введение

Космический телескоп «Спектр-УФ» [1], создаваемый в настоящее время для астрономических исследований в ультрафиолетовом и видимом диапазонах электромагнитного спектра, станет более совершенной и единственной на сегодняшний день заменой УФ-телескопа «Хабл». Позволит проводить исследования в области изучения эволюции Вселенной, звездообразования и физики звезд.

Для получения изображений с высоким разрешением в УФ-диапазоне длин волн используются высокочувствительные приемники излучения, которые эксплуатируются в условиях высокого вакуума до 10^{-5} торр и низких температур $\sim 200\text{K} - 150\text{K}$.

В ИПФ РАН были созданы криовакуумные оптические камеры, позволяющие использовать ФПУ 2-х типов. Особенностью разработанной конструкции этих камер стала не только возможность обеспечения вакуума на уровне $\sim 10^{-5}$ торр, но и его сохранение в течение полугода без средств дополнительной откачки. Еще одним преимуществом представленных БПИ является возможность охлаждения ФПУ в широком температурном диапазоне.

2. Конструкция БПИ

Общий вид конструкции БПИ представлен на рисунке 1.

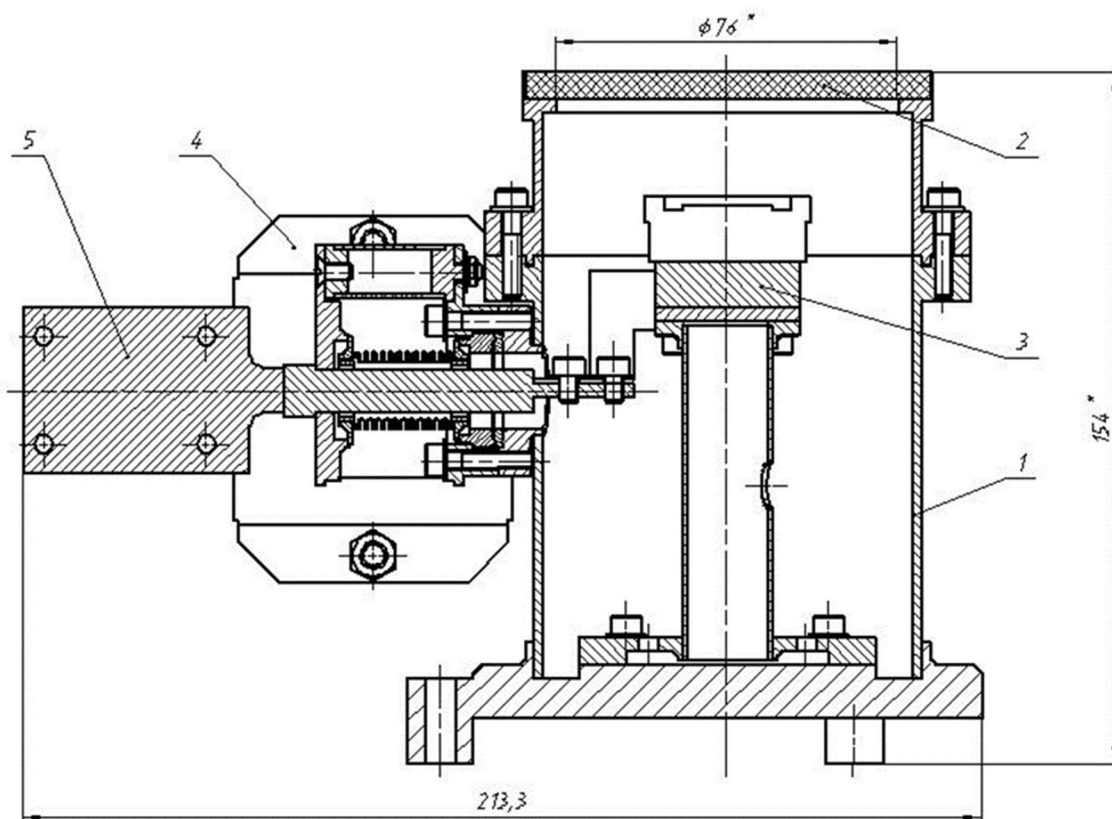


Рисунок 1. Чертеж общего вида БПИ. Здесь 1 – корпус БПИ, 2 – оконный блок, 3 – держатель ФПУ, 4 – магниторазрядный насос, 5 – хладопровод.

БПИ представляет собой герметичный корпус из нержавеющей стали (Рисунок 1, поз.1) со следующими компонентами:

- Оконный блок (поз. 2);
- Интерфейс для монтажа ФПУ (поз. 3)
- Интерфейс для ввода электрического сигнала;
- Магниторазрядный насос (поз. 4)
- Тепловой интерфейс (хладопровод) (поз. 5);

Основной элемент оконного блока, пластина MgF диаметром 76 мм, толщиной 2 мм, служит для передачи светового пучка на ФПУ. Спектральные характеристики фторида магния позволяют получать изображения во всем оптическом диапазоне длин волн вплоть до вакуумного ультрафиолета.

Для обеспечения высокого вакуума на длительный, до 3-х месяцев и более, период без средств механической откачки используется магниторазрядный насос [2] собственной разработки ИПФ РАН с характеристиками, приведенными в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики магниторазрядного насоса.

Характеристика	Значение
Быстродействие	105 л/с
Уровень форвакуума	10^{-3} мм рт ст
Тип форвакуумного насоса	безмасляный

Предельно достигаемое давление остаточных газов	$10^{-9} - 10^{-10}$ мм рт ст
Габариты насоса без магнитов	118 мм x 54 мм x 28 мм
Тип соединения	фланец типа ConFlat
Проходной диаметр	13 мм
Электропитание	5,3 кВ, до 10 мА
Тип блока питания	Sh-0105 0...+5,01 кВ 1500 Вт
Габариты блока питания	480x600x270 мм
Поверхностная индукция магнитов	Не менее 0,15 Тл
Материал магнитов	Феррит, ниодим

На Рисунке 2 показан общий вид БПИ с магниторазрядным насосом (вид сверху).

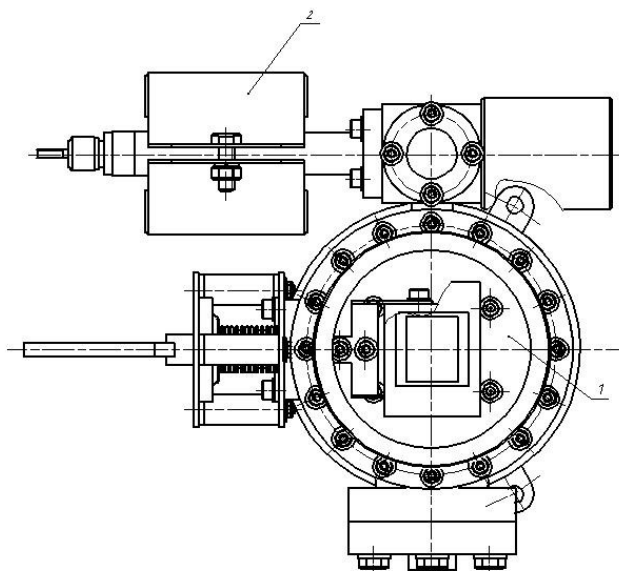


Рисунок 2. Общий вид БПИ с магниторазрядным насосом (вид сверху).

Для герметизации оконного блока использовалось индиевое уплотнение, все остальные интерфейсные соединения выполнены на фланцах ConFlat [3].

Охлаждение ФПУ осуществляется с помощью хладопровода (Рисунок 1, поз. 5), прикрепляемого к держателю поз. 3. Конструкция хладопровода и камеры в целом разработана с учетом результатов проведенных тепловых расчетов [4].

Фото БПИ и график температурной зависимости, полученный в ходе криогенных испытаний представлены на Рисунке 3, а характеристики БПИ приведены в Таблице 2.

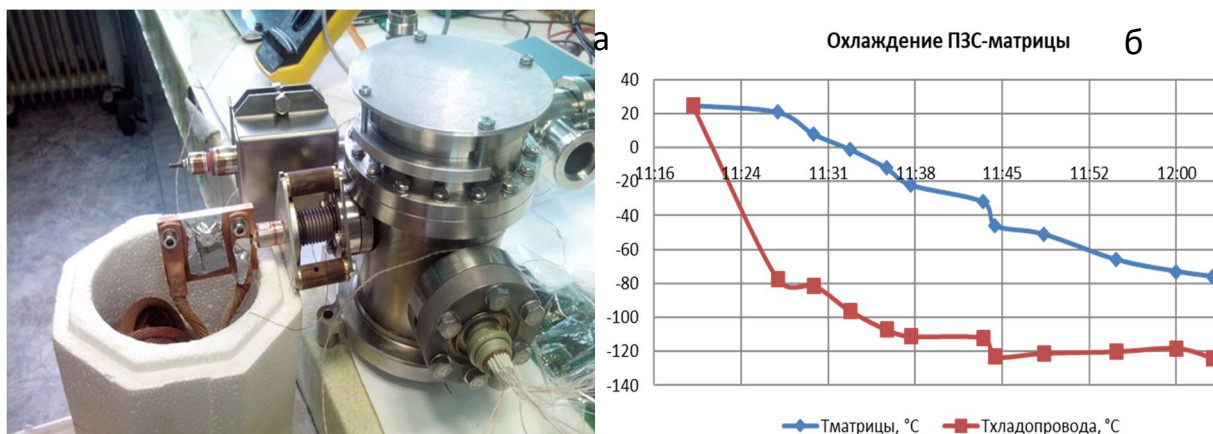


Рисунок 3. БПИ в ходе криогенного эксперимента (а) и график температурной зависимости (б).

Таблица 2. Характеристики БПИ.

Характеристика	Значение
Уровень вакуума внутри БПИ	до 10^{-5} торр
Уровень вакуума снаружи	$4 \cdot 10^{-6}$ торр
Температура площадки внешнего хладопровода	168° К
Уровень мощности отводимой от ФПУ	3 Вт
Тип вакуумного соединения	ConFlat
Габаритные размеры Д x В	213 мм x 154 мм
Наличие внешнего блока электроники	Да
Наличие датчиков для контроля вакуума и температур	Да

3. Эксперимент

Тестирование БПИ на предмет работоспособности и исследования характеристик в условиях низких температур происходило как в ИПФ РАН (Рисунок 3 (а)), так и в условиях эксперимента на площадке Заказчика в РФЯЦ ВНИИЭФ и РКЦ «Прогресс».

В ходе лабораторных испытаний на держателях ФПУ был обеспечен необходимый температурный режим, получены изображения в режиме засветки и темнового кадра.

Для охлаждения набора из трех БПИ, которые входят в состав экспериментального комплекса для наземных испытаний миссии «Спектр-УФ» была предложена, успешно реализована и испытана система охлаждения и термостабилизации.

Фото изготовленного макета экспериментального стенда и его схема представлены на Рисунке 4.

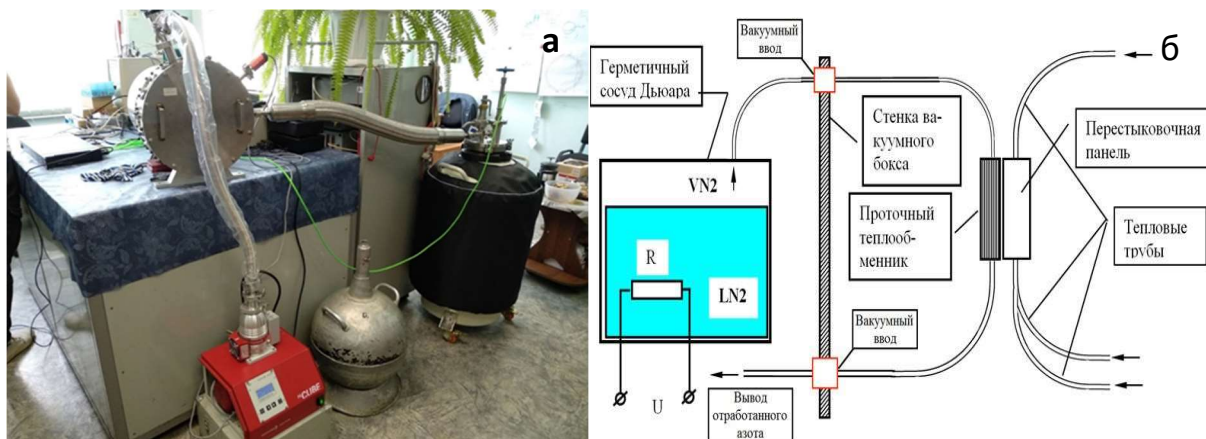


Рисунок 4. Макет системы охлаждения и термостабилизации азотного уровня температур (а) и его тепловая схема (б).

4. Заключение

В ходе проделанной работы были спроектированы и произведены БПИ для наземных испытаний в составе КНА миссии «Спектр-УФ».

Прошли успешные эксперименты, которые показали возможность использования высоковакуумных криогенных систем для целей астрокосмических исследований в УФ-диапазоне длин волн.

Благодарности

Коллектив авторов выражает благодарность за сотрудничество и помощь в решении задач В.В.Свищева, А.В.Сенника и М.В.Гарина (ФГУП РФЯЦ-ВНИИЭФ г. Саров).

Также авторы благодарят С.В.Кузина (ФИАН им. Лебедева) и А.С.Шугарова (ИНАСАН) за постановку задачи и полезные дискуссии.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФ 23-79-00006.

Список литературы

- [1] URL:<https://www.laspacespace.ru/projects/astrophysics/spectrum-uv/#:~:text=%D0%9A%D0%BE%D1%81%D0%BC%D0%B8%D1%87%D0%B5%D1%81%D0%BA%D0%B8%D0%B9%20%D0%BA%D0%BE%D0%BC%D0%BF%D0%BB%D0%B5%D0%BA%D1%81%20%C2%AB%D0%A1%D0%BF%D0%B5%D0%BA%D1%82%D1%80%2D%D0%A3%D0%A4%C2%BB,10%20%D0%BA%D1%8D%D0%92%20%D0%B4%D0%BE%2010%20%D0%9C%D1%8D%D0%92.>
- [2] Саксаганский ГЛ 1988 Электрофизические вакуумные насосы (Москва: Энергоатомиздат) с 191-201.
- [3] ГОСТ 26526-85. Оборудование вакуумное. Соединения фланцевые для сверхвысоковакуумных систем. Конструкция, размеры и технические требования : дата введения 1986-01-01
- [4] МалковМП 1985 Справочник по физико-техническим основам криогеники (Москва: Энергоатомиздат).

Термовакuumная камера для испытаний с расширенным диапазоном температур

А Ю Кочетков

АО "НПО им. С.А. Лавочкина" г. Химки Московская область Россия

E-mail: kochetkov@laspace.ru

Аннотация. В статье представлен систематизированный подход к решению задачи повышения эксплуатационных характеристик термовакuumной камеры, в частности расширения её температурного диапазона.

Введение

Стандарты по испытаниям ракетно-космической техники предписывают постоянное повышение требований к экспериментальному испытательному оборудованию, в частности, к расширению температурного диапазона и повышению глубины вакуума.

Ответом на эти требования является создание термовакuumной камеры небольшого объёма с расширенным диапазоном температур в криогенную область.

Решение данного вопроса возможно двумя способами. Первый - это установка криогенного холодильника, с гелием в качестве рабочего тела. Второй - понижение температурного фона в рабочем объёме термовакuumной камеры при помощи более качественного азотного экрана.

Оба подхода имеют свои сильные и слабые стороны. Холодильная машина на гелии может охлаждать криозкран до уровня $25 \div 30$ К, что является несравненным превосходством, но при этом её производительность на низких температурах составляет единицы Ватт, что не позволяет проводить испытания объектов, имеющих большое тепловыделение. В то же время расходные системы на жидком азоте имеют большую тепловую производительность, но ограничены температурой рабочего тела, то есть минус 196 °С.

Данная работа посвящена методам понижения температурного фона термовакuumной камеры, оснащённого азотным экраном.

Экспериментальная установка

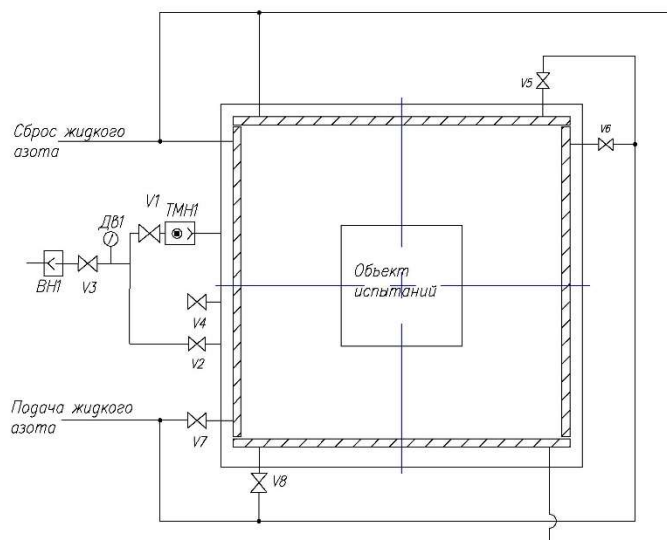
Для отработки узлов и агрегатов небольшого размера специально была разработана и изготовлена термовакuumная камера объёмом $0,5$ м³. Данная термовакuumная камера оснащена азотными экранами, конструкция которых, позволяет создать внутри рабочего объёма пониженный температурный фон при достаточно высоком тепловыделении $30 \div 40$ Вт. Это достигается за счёт исключения технологических зазоров, через которые паразитные тепловые потоки от стенки вакуумной камеры.

Корпус термовакuumной камеры представляет собой куб. Внутри корпуса помещаются азотные экраны. Форма корпуса позволяет сделать плоские азотные экраны квадратной формы. Такая форма экранов позволяет упростить их конструкцию, а также облегчает эксплуатацию. В рабочем объёме термовакuumной камеры установлены шесть азотных экранов, по числу граней куба. На рисунке 1 представлена схема термовакuumной камеры.

Каждый азотный экран имеет отдельный ввод и вывод жидкого азота, что позволяет, при необходимости, включать и выключать любой из экранов в любой момент времени, а также регулировать температуру каждого экрана индивидуально.

Экраны спроектированы таким образом, что перекрывают друг друга, не образуя зазоров. При этом в зоне перекрытия имеется небольшой зазор со стороны открывающейся двери, через

который могут быть проведены электрические кабели, использующиеся для соединения для управления испытуемым объектом и снятия с него экспериментальных данных.



*ТМН1 – турбомолекулярный насос;
 ВН1 – форвакуумный насос;
 ДВ1–ДВ2 – датчики вакуума;
 V1–V4 – вакуумный клапан;
 V5–V8 – азотный вентиль.*

Рисунок 1. Схема испытательной установки.

Результаты эксперимента

На рисунках 2 и 3 представлены экспериментальные данные по замеру фоновой температуры в вакуумных камерах, оснащённых азотными экранами старого и нового образца соответственно.

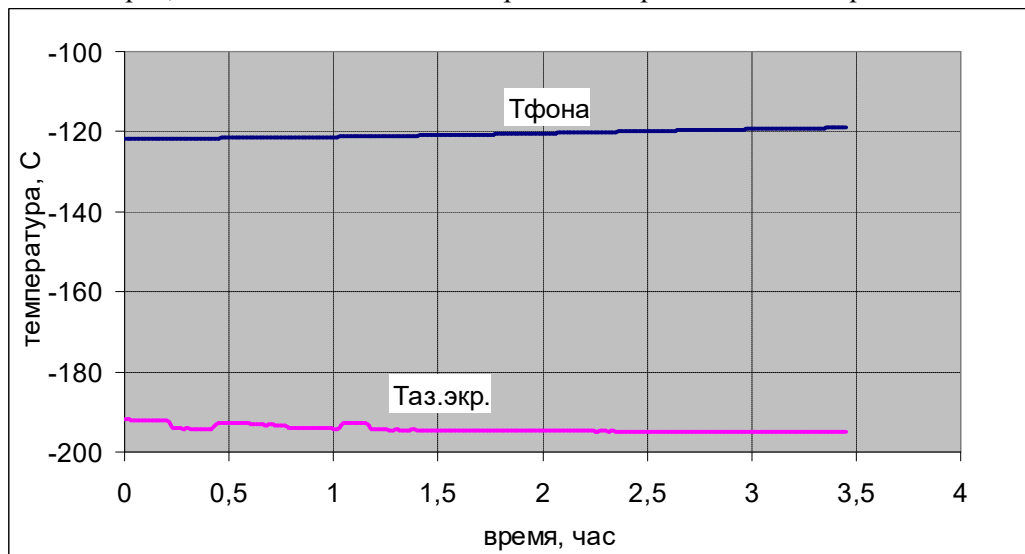


Рисунок 2. Температура фона вакуумной камеры с азотными экранами старого образца.

Измерение температуры фона производилось при помощи датчиков теплового потока, установленных в рабочем объёме термовакuumной камеры.

На графиках хорошо видно, что азотные экраны нового образца дают существенно меньшую температуру фона. Так традиционные азотные экраны позволяют создать температурный фон в термовакуумной камере минус 120 °С, в тоже время температурный фон достигаемый при использовании азотных экранов нового образца достигает значений минус 180 °С. При этом во время эксперимента в той и другой термовакуумных камерах производились экспериментальные работы с выделением тепловых потоков как непосредственно на объектах испытаний, так и имитация внешних тепловых потоков при помощи инфракрасных имитаторов. Это связано с минимизацией паразитных тепловых потоков от тёплой стенки вакуумной камеры через технологические отверстия в азотном экране, а также меньших переотражённых тепловых потоках от самих азотных экранов.

Температура стенки самих азотных экранов определяется температурой прокачиваемого через них жидкого азота и составляет минус 192 ÷ минус 194 °С.

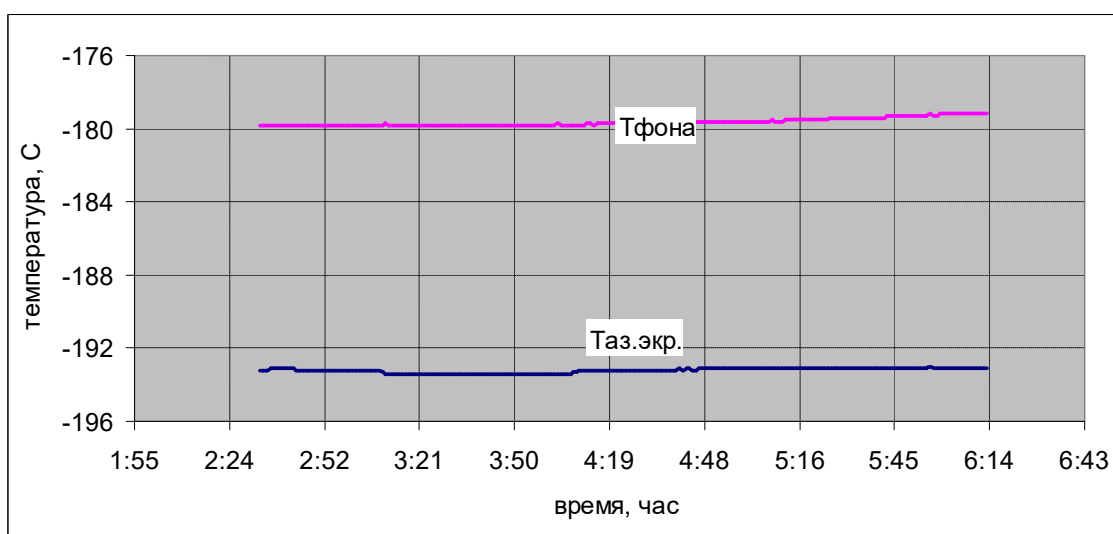


Рисунок 3. Температура фона вакуумной камеры с азотными экранами нового образца.

Вывод

Представленные экспериментальные данные хорошо демонстрируют правильность подхода конструирования азотных экранов нового образца. Термовакуумная камера, оснащённая азотными экранами предложенной конструкции позволяет моделировать условия космического полёта в условиях более приближенных к натурным чем термовакуумные камеры оснащённые азотными экранами старого образца.

Список литературы

- [1] Андрейчук О.Б., Малахов Н.Н. Тепловые испытания космических аппаратов. М.: Машиностроение, 1982. 143 с.
- [2] Афанасьев В.А., Барсуков В.С., Гофин М.Я. и др. Экспериментальная отработка космических летательных аппаратов // Под редакцией Н.В. Холодкова. М.: Изд-во МАИ, 1994. 412 с.
- [3] Вакуумная техника: справочник/ К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 2009. 590 с., ил.
- [4] Власов В.И., Горшков А.Б., Залогин Г.Н., Землянский Б.А. и др. Руководство для конструкторов. Конвективный теплообмен для изделий РКТ / Под. ред. Б.А. Землянского. Королёв: ЦНИИмаш, 2010. 397 с.
- [5] Зайцев А.Н., Чухлов В.Д., Тулин Д.В., к.т.н. Шабарчин А.Ф., Мартынов В.В., Кочетков А.Ю., Мишин Ю.М., д.т.н. Нестеров С.Б. К вопросу определения внешних тепловых

- потоков на космическом аппарате, размещённом в вакуумной камере // Материалы XIX научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. "Вакуумная наука и техника". Сентябрь 2012. С. 87-93.
- [6] А.Ю. Кочетков ФГУП "НПО им. С.А. Лавочкина" Химки, МО. Выбор оптимальной формы объёма термовакуумной камеры для проведения тепловакуумных испытаний космических аппаратов // Материалы XXIV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. "Вакуумная наука и техника". Сентябрь 2017. С. 240-242.
- [7] А.Ю. Кочетков АО "НПО Лавочкина" Химки, МО. Испытания посадочного аппарата в климатических условиях поверхности Марса в термовакуумной камере // Материалы XXVI научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. "Вакуумная наука и техника". Сентябрь 2019. С. 233-236.
- [8] А.Ю. Кочетков, Е.В. Шеметова АО "НПО Лавочкина" Химки, МО. Определение возможности использования теплоприёмников суммарного теплового потока ФОА 020 при проведении тепловакуумных испытаний в термовакуумной камере // Материалы XXV научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов. "Вакуумная наука и техника". Сентябрь 2018. С. 244-247
- [9] В.А. Лисейкин, Н.Ф. Моисеев, Г.Г. Сайдов, О.П. Фролов Основы теории испытаний. Экспериментальная отработка ракетно-космической техники // под ред. д-ра техн. наук В.К. Чванова. - М.: Машиностроение-Полёт / Виарт Плюс, 2015. - 265с.
- [10] Малозёмов В.В., Кудрявцева Н.С. Системы терморегулирования космических аппаратов. М.: Машиностроение, 1986. 584 с.
- [11] Нусинов М.Д. Воздействие и моделирования космического вакуума. М.: Машиностроение, 1982. -176 с., ил.
- [12] Петров Г.И. Моделирование тепловых режимов космического аппарата и его окружающей среды. М.: Машиностроение, 1971. 382 с.
- [13] Тулин Д.В., Шабарчин А.Ф., Зайцев А.Н., Кочетков А.Ю., Чухлов В.Д., Митрофанов В.Д., Гавриков Б.В., Романько В.А., Нестеров С.Б. К проблеме измерения давления внутри КА и их модулей при проведении тепло-вакуумных испытаний (ТВИ). XVII научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов "Вакуумная техника и наука" 2010. с. 238-242.

Применение газопоглотителей водорода при вакуумных испытаниях внутрикамерных компонентов реактора ИТЭР

Д А Киселев, А Н Маханьков, С Н Мазаев и В А Васильев

АО «НИИЭФА», Россия, 196641, Санкт-Петербург, пос. Металлострой, дорога на Металлострой, д. 3

E-mail: kiselevd@sintez.niiefa.spb.su

Аннотация. В работе рассмотрено влияние геттерных газопоглотителей водорода на уровень фона во время горячих гелиевых испытаний внутрикамерных компонентов реактора ИТЭР. В ходе исследований удалось добиться снижения на порядок уровня фона детектируемого теческательем. В результате чего были успешно проведены вакуумные испытания прототипа центральной сборки дивертора ИТЭР.

1. Введение

Международный Термоядерный Экспериментальный Реактор — это реактор, строящийся в настоящий момент во Франции в Кадараше, главная цель строительства реактора ИТЭР — это демонстрация технической осуществимости термоядерной энергетики. В основе реактора ИТЭР лежит принцип получения энергии с помощью синтеза изотопов водорода в плазме с температурой выше 100 миллионов градусов Цельсия.

В настоящей работе под внутрикамерными компонентами (ВКК) мы будем иметь в виду центральную сборку дивертора (ЦСД), как одного из элементов реактора, к которому Международная Организация (МО) ИТЭР применяет наиболее серьезные требования герметичности. Все эксперименты были проведены на макете прототипа ЦСД и прототипе ЦСД.

Дивертор является одним из основных компонентов реактора ИТЭР и предназначен для удаления гелия, являющегося продуктом реакции синтеза изотопов водорода, для удаления продуктов эрозии первой стенки из плазмы, а также для тепловой защиты стенок вакуумной камеры от горячей плазмы. Дивертор расположен вдоль всей нижней части тороидальной камеры реактора и состоит из внутренней и внешней вертикальных мишеней, и ЦСД.

2. Необходимость вакуумных испытаний

ЦСД спроектирована так, чтобы выдерживать высокие тепловые нагрузки и интенсивную бомбардировку ионами из горячей плазмы во время работы реактора для чего теплонагруженные части ЦСД сделаны из биметалла бронза/сталь на который напаяны вольфрам-медные биметаллические плитки. Сама ЦСД состоит из стальной опорной конструкции (СОК), наружных и внутренних отражающих мишеней (НОМ и ВОМ) и купола (рисунок 1, а). Тепло от ЦСД отводится с помощью воды, циркулирующей по каналам охлаждения с расходом $16.1 \text{ кг} \cdot \text{с}^{-1}$ и давлением 4 МПа, с температурой на выходе из ЦСД 110°C . Всего в реакторе ИТЭР будет находиться 54 ЦСД, а также кратно больше других внутрикамерных компонентов реактора, охлаждаемых водой, это более 100 км сварных швов, при этом уровень вакуума в реакторе должен быть не хуже 10^{-6} Па. Данный уровень вакуума и сверхвысокие тепловые нагрузки вместе с огромной протяженностью сварных швов обуславливают необходимость проведения испытаний ЦСД, имитирующих условия внутри вакуумной камеры реактора ИТЭР. Причем одинаково важен контроль, как обычных сварных швов, так и биметаллического соединения бронзы с нержавеющей сталью, полученного сваркой взрывом.

Основная сложность при проведении вакуумных испытаний заключалась в выполнении специфических требований, предъявляемых международной организацией (МО) ИТЭР [1]. В первую очередь к этим требованиям относится достижение допустимого значения фонового

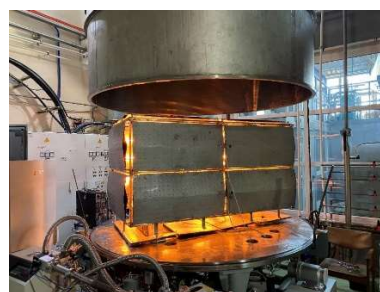
уровня потока гелия в вакуумной камере во время испытаний, позволяющего обеспечить требуемый уровень регистрации натекания гелия при нагреве ЦСД до 250°C. Необходимость испытаний при температуре 250°C, вызвана тем, что при данной температуре находятся все ВКК реактора, например, при обезгаживании. В работе рассмотрен способ получения допустимого фоновое уровня гелия в вакуумной камере во время вакуумных испытаний при нагреве ЦСД до 250°C.

3. Установка для испытаний

Основные элементы установки для вакуумных испытаний: установочный стол вакуумной камеры (рисунок 1), крышка камеры, форвакуумный и турбомолекулярный насосы, две системы вакуумной откачки, промышленная воздуходувка и нагреватель потока воздуха для сушки каналов охлаждения, нагреватель с инфракрасными лампами для нагрева ЦСД (рисунок 1), газоанализатор, блок с геттерными газопоглотителями, баллонная рампа. Газовакуумная схема установки представлена на рисунке 2.



а



б

Рисунок 1. Стол вакуумной камеры с установленным прототипом ЦСД (а) и нагреватель ЦСД с крышкой камеры (б).

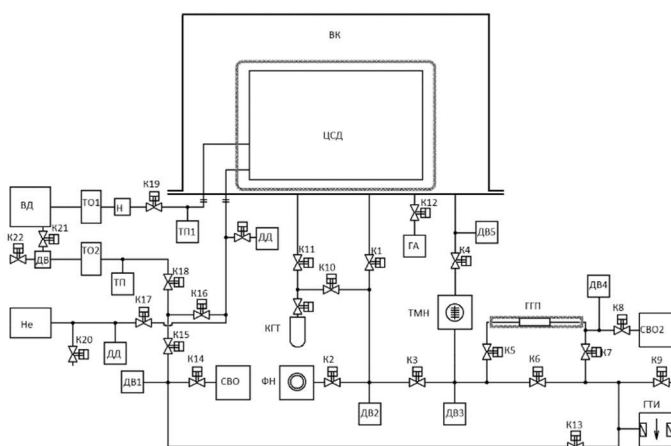


Рисунок 2. Газовакуумная схема установки вакуумных испытаний: ВК – Вакуумная камера; СВО – система вакуумной откачки; ТМН – турбомолекулярный насос; ФН – форвакуумный насос; ГГП – геттерные газопоглотители; ГТИ – гелиевый течеискатель; КГТ – калибровочная гелиевая течь; ГА – газоанализатор; ВД – промышленная воздуходувка; ТО1, ТО2 – теплообменник, Н – нагреватель; ДВ – датчик влажности; Не – баллон с гелием; ТП – термopара; ДД – датчик давления; ДВ – датчик вакуума; К – клапан.

4. Вакуумные испытания

Вакуумные испытания на герметичность проводятся методом вакуумной камеры: ЦСД помещается в объем вакуумной камеры, каналы охлаждения откачиваются и в них напускается гелий до рабочего давления 4 МПа на время не менее двойного времени отклика течеискателя, но, как минимум, на 15 минут. Гелий регистрируется подключенным к объему вакуумной камеры течеискателем. Во время серии испытаний происходит несколько подъемов давления гелия при комнатной температуре и при температуре ЦСД 250±20°C. Схема испытаний представлена на рисунке 3.

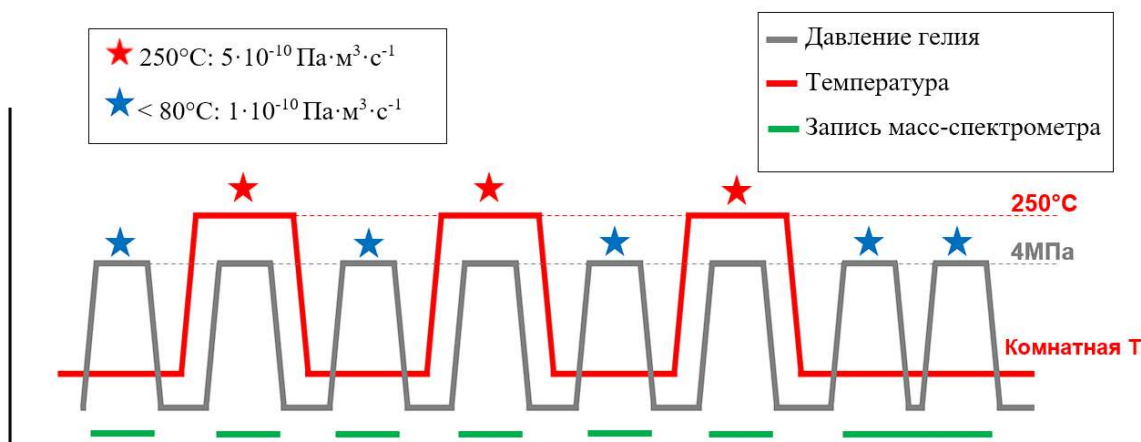


Рисунок 3. Схема вакуумных испытаний.

Данная методика испытаний была разработана и испытана на токамаке Tore Supra [2].

Перед началом испытаний необходимо было удалить всю воду, оставшуюся после гидравлических испытаний, и просушить каналы охлаждения, так как вода могла остаться в микротрещинах металла и, таким образом, закупорить возможные микро-течи. Следовательно, эти микро-течи могут быть не обнаружены при испытаниях, однако при использовании в токамаке это приведет к невозможности достичь допустимого уровня вакуума в вакуумной камере реактора ИТЭР. После осушения внутренних каналов необходимо провести обезгаживание ЦСД для удаления остаточных газов с поверхности и из объема металла ЦСД при температуре от 200°C при уровне вакуума не хуже, чем $3 \cdot 10^{-1}$ Па. По требованию МО ИТЭР время обезгаживания должно составлять минимум 24 часа, однако часть этого времени можно было набрать во время подготовки и проведения вакуумных испытаний при повышенной температуре.

Во время самих испытаний фоновый уровень потока гелия в вакуумной камере не должен превышать $7.5 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·с⁻¹ в эквиваленте по воздуху для холодных испытаний и $1 \cdot 10^{-10}$ Па·м³·с⁻¹ в эквиваленте по воздуху для горячих испытаний; а максимально допустимое натекание гелия соответственно $1 \cdot 10^{-10}$ и $5 \cdot 10^{-10}$ Па·м³·с⁻¹ в эквиваленте по воздуху. Так же во время испытаний рассчитывается реальная чувствительность вакуумной системы с течеискателем по формуле (1).

$$S_{\text{test}} = \frac{S_{\text{mini}} \times V_{\text{ref}}}{S_{\text{ref}} - S_{\text{Back}}}, \quad (1)$$

где S_{mini} – минимально определяемая течь, V_{ref} – величина калибровочной течи, S_{ref} – сигнал полученный течеискателем от калибровочной течи, S_{Back} – фоновый уровень гелия, регистрируемый течеискателем.

5. Проблема обеспечения требуемого уровня фона

Перед началом испытаний прототипа ЦСД была попытка получить необходимый фоновый уровень гелия в вакуумной камере на макете СОК, обладающего схожим весом и габаритами с ЦСД, сделанного из нержавеющей стали марки 316L, которая используется для изготовления СОК ЦСД. Во время испытаний при комнатной температуре удавалось достичь требуемого фонового уровня гелия на течеискателе, однако при испытаниях с нагревом показания на течеискателе начинали расти, и для макета СОК составляли $1.1 \cdot 10^{-9}$ Па·м³·с⁻¹. Длительное обезгаживание макета существенно не уменьшило показания течеискателя. Использование ловушки с жидким азотом, установленной перед входом откачки течеискателя, тоже не помогло

уменьшить детектируемый течейскателем фоновый уровень гелия до необходимого уровня – показания течейскателя не уменьшались ниже $5.6 \cdot 10^{-10} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$.

Из этих данных был сделан вывод что возможно на показания течейскателя влияют остаточные газы с низкими атомарными массами, близкими к гелию, так как газы с такими массами не могут вымораживаться на стенках ловушки при температуре кипения азота. После чего с помощью газоанализатора были определены парциальные давления в вакуумной камере различных атомарных масс. На рисунке 4 представлены масс-спектры остаточных газов при двух различных температурах макета СОК в вакуумной камере, соответствующих холодным и горячим гелиевым испытаниям.

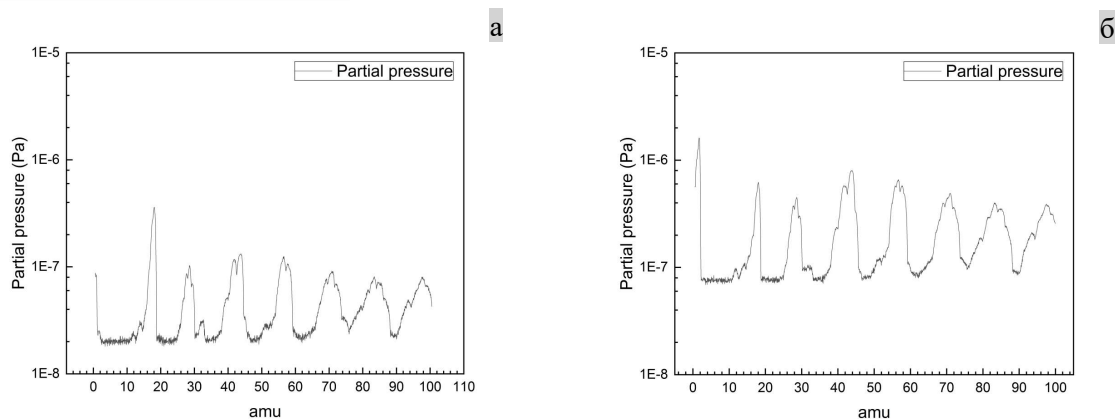


Рисунок 4. Масс-спектры остаточных газов при различных температурах макета СОК: меньше 80°C (а), 250°C (б).

На рисунке 4б видно, что при нагреве СОК до 250°C значительно возрастает пик в окрестности точки с атомарной массой близкой к единице, в отличие от остальных пиков. Повышение парциальных давлений остаточных газов с атомарными массами близкими к единице можно объяснить выделением из толщи металла водорода при нагреве. Для подтверждения этого заключения нами была получена зависимость парциальных давлений отдельных атомарных единиц массы (ае) от времени в момент перекрытия канала откачки вакуумной камеры. Для построения зависимости были выбраны несколько типичных ае остаточных газов: атомарный и молекулярный водород – 1 и 2 ае соответственно, вода – 18 ае, азот – 28 ае, углекислый газ – 44 ае. Зависимости парциальных давлений от времени показаны на Рисунке 5.

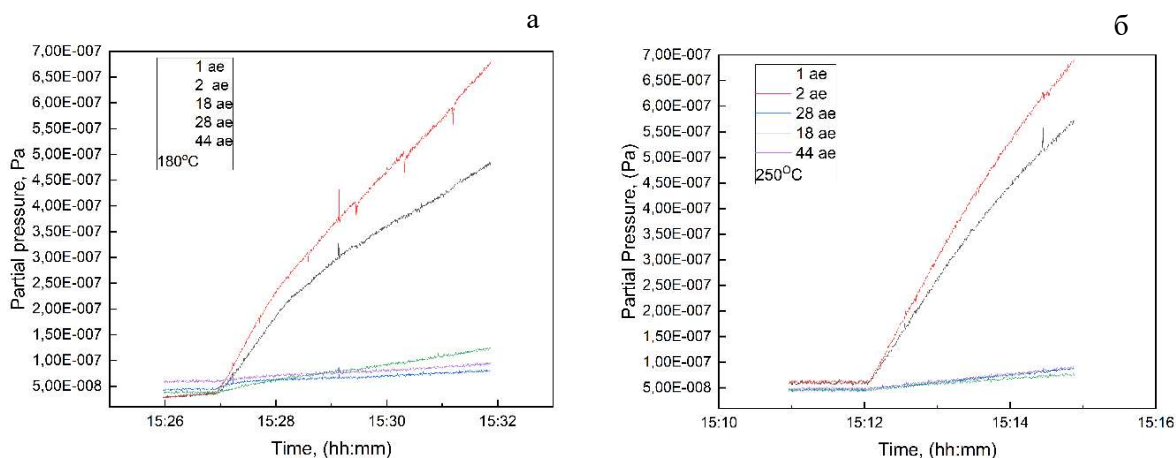


Рисунок 5. Зависимость парциальных давлений от времени в момент перекрытия откачки вакуумной камеры: момент перекрытия 15:27, температура СОК 180°C (а) и момент перекрытия 15:12, температура СОК 250°C (б).

Видно, что в момент перекрытия откачки парциальные давления атомарного и молекулярного водорода начинают резко расти, причем при температуре СОК 250°C рост значительно больше чем при 180°C. Как упоминалось выше это обусловлено выделением водорода из толщи металла при его нагреве. Нами было предложено использовать газопоглотители водорода в виде нераспыляемых геттеров на основе Ti-Zr-Al со скоростью сорбции по водороду $6.6 \text{ л} \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{г}^{-1}$; и проверить как геттеры водорода будут влиять на показания течеискателя, при установке этих геттеров последовательно перед течеискателем.

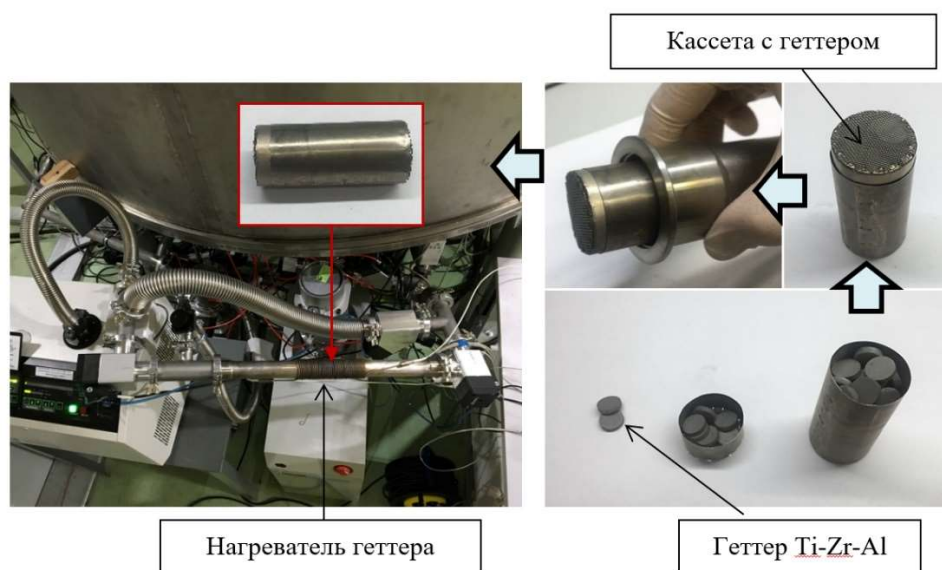


Рисунок 6. Вид и расположение геттеров водорода в канале откачки течеискателя.

6. Результаты экспериментов

Для начала мы определили влияние геттеров водорода на поток гелия, для этого перед геттером была установлена стандартная гелиевая течь с потоком $7.8 \cdot 10^{-11} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$ в эквиваленте по воздуху при 20°C. В серии экспериментов поток гелия поочередно пропусклся через магистрали с геттером и без него.

По результатам 3-х экспериментов для каждого случая были получены средние значения потока: без геттеров водорода среднее значение потока гелия составило $7.8 \cdot 10^{-11} \pm 2.1 \cdot 10^{-12} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$, с геттерами $8 \cdot 10^{-11} \pm 2.6 \cdot 10^{-12} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$. Можно сделать вывод, что геттеры, в пределах погрешности измерений, не влияют на поток гелия.

После чего была проведена проверка влияния геттеров водорода на показания течеискателя во время имитации горячих гелиевых испытаний. Для этого макет СОК в вакуумной камере был нагрет до 250°C, при этом откачка камеры происходила течеискателем попеременно через вакуумную магистраль с геттером и без него; во время эксперимента к вакуумной камере была подключена стандартная гелиевая течь ($5.94 \cdot 10^{-11} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$ в эквиваленте по воздуху при 20°C) для имитации течи макета СОК. Уровень вакуума во время эксперимента составлял $6 \cdot 10^{-5} \text{ Па}$. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты эксперимента.

№	Откачка	Показания течеискателя, Па·м ³ ·с ⁻¹ в эквиваленте по воздуху
1	Геттеры выключены	$4.7 \cdot 10^{-10}$
2	Геттеры активированы	$3.7 \cdot 10^{-11}$
3	Гелиевая течь без геттеров	$5 \cdot 10^{-10}$
4	Геттеры активированы	$4.46 \cdot 10^{-11}$
5	Гелиевая течь с геттерами	$1.04 \cdot 10^{-10}$

7. Анализ результатов

В Таблица 1 можно видеть изменение показаний течеискателя в зависимости от использования геттеров. Можно заметить разницу на порядок между показаниями течеискателя в строках №1 и №2 – это изменение связано с переключением откачки вакуумной камеры течеискателем на вакуумную магистраль с геттерами водорода. Сравнения пары значений строк №1-№3 и №4-№5 можно заметить значительное увеличение чувствительности вакуумной системы с подключенным течеискателем, при использовании геттеров водорода, во время записи сигнала гелиевой течи, имитирующей возможную течь во время реальных вакуумных испытаний.

Применение геттеров позволило уменьшить показания сигнала течеискателя на порядок. По результатам экспериментов был сделан вывод что, уровень молекулярного водорода влияет на показания течеискателя вследствие особенностей конструкции последнего и схожести атомарных масс молекулы водорода и атома гелия. Так как течеискатель представляет собой масс-спектрометр, настроенный на отношение заряда регистрируемого иона к его массе, соответствующее атому гелия-4, а атомарные массы молекул водорода и атомов гелия схожи, то большое газовыделение водорода из объема металла ЦСД вносит вклад в фоновый уровень потока гелия внутри вакуумной камеры. С применением геттерных газопоглотителей удалось снизить регистрируемый фоновый уровень потока гелия до уровня 10^{-11} Па·м³·с⁻¹, после чего стало возможным проведение вакуумных испытаний прототипа ЦСД в соответствии с требованиями МО ИТЭР.

На рисунке 7 представлены зависимости парциальных давлений отдельных газов во время проверки влияния геттеров водорода на показания течеискателя.

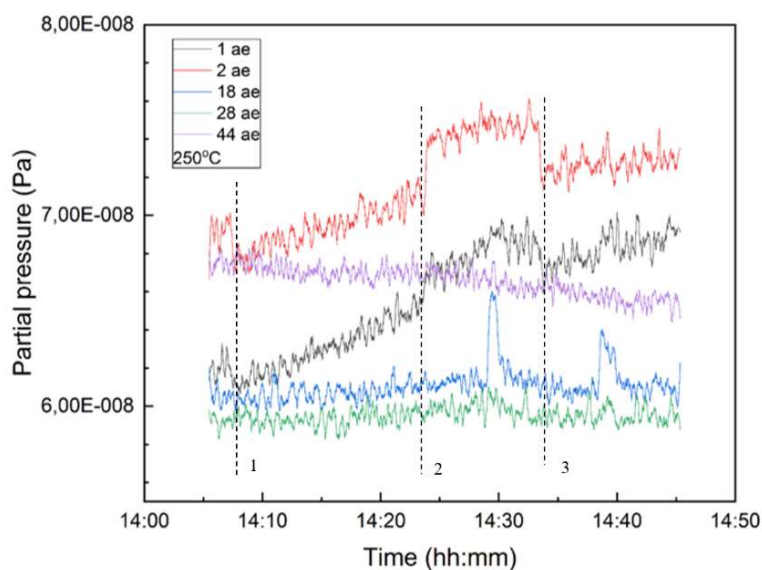


Рисунок 7. Зависимость парциальных давлений газов от использования геттера водорода во время эксперимента.

Сигнал газоанализатора был обработан по методу Стравинского-Галлея по 50 точкам, на участке 1-2 геттер включен, а на участке 2-3 выключен, видно уменьшение парциальных давлений

атомарного и молекулярного водорода в период работы геттера, что подтверждает правильную работу геттеров водорода.

Во время серии вакуумных испытаний прототипа ЦСД при комнатной температуре максимальный фон потока гелия в объем вакуумной камеры составил $6.5 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·с⁻¹ в эквиваленте по воздуху, во время испытаний с нагревом ЦСД до $250 \pm 20^\circ\text{C}$ максимальный фон составил $6.7 \cdot 10^{-11}$ Па·м³·с⁻¹. Во время всей серии испытаний натекание гелия из ЦСД в объем вакуумной камеры зафиксировано не было, наибольшее значение рассчитанной чувствительности течеискателя составило $9.5 \cdot 10^{-12}$ Па·м³·с⁻¹ в эквиваленте по воздуху. Уровень вакуума в объеме вакуумной камеры во время вакуумных испытаний не превышал $1 \cdot 10^{-3}$ Па.

Заключение

В работе было рассмотрено влияние геттерных газопоглотителей на уровень фона во время вакуумных испытаний ВКК ИТЭР. Было определено, что поток водорода, из толщи металла ВКК при нагреве, негативно влияет на показания течеискателя; геттерные газопоглотители водорода на основе Ti-Zr-Al могут помочь уменьшить этот негативный эффект. В результате чего вакуумные испытания ЦСД были успешно проведены в соответствии со всеми требованиями МО ИТЭР.

Список литературы

- [1] R Pearce, L Worth. 19.11.2019. ITER Vacuum Handbook. Par 25, pages 33-8.
- [2] V M. Chantant, R. Lambert, L. Gargiulo, J.-C. Hatchressian, D. Guilhem, F. Samaille, B. Solerc. October 2015. Leak tightness tests on actively cooled plasma facing components: Lessons learned from Tore Supra experience and perspectives for the new fusion machines, Fusion Engineering and Design, Volumes 98–99, Pages 1250-5.

Вызовы и решения на пути создания особо крупногабаритных стендов для термовакуумных и термобалансных испытаний космических аппаратов для перспективных космических миссий

Д Е Алфимов¹, С Б Нестеров², А А Филатов³

¹ООО «НПО «ГКМП», г. Москва, Россия

²Российское Вакуумное Общество, г. Москва, Россия

³ООО «НПО Гелиосфера», 197374, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: filatov@geliosfera.com

Аннотация. Перспективные проекты Российского космического агентства связаны с увеличением массогабаритных характеристик выводимых в космическое пространство аппаратов. Это приводит к необходимости использования все более габаритных стендов для проведения тепловакуумных испытаний и дегазации КА. В статье рассматривается возможность использования существующих стендов (как действующих, так и требующих реконструкции) для испытаний новейших КА. Рассматриваются подходы к созданию новых крупногабаритных стендов, особенно в части вопросов имитации солнечного излучения и имитации тепловых потоков.

1. Введение

Перспективные проекты Российского космического агентства связаны с увеличением массогабаритных характеристик выводимых в космическое пространство аппаратов. Это приводит к необходимости использования все более габаритных стендов для проведения тепловакуумных испытаний и дегазации КА. В таблице 1 приведены приблизительные габариты перспективных космических аппаратов, а также указаны требования к ориентации космического аппарата при проведении термовакуумных испытаний.

Таблица 1. Габариты перспективных космических аппаратов.

Космический аппарат	Габариты*, мм	Расположение внутри вакуумной камеры при испытаниях
НЭМ научно-энергетический модуль	Ø 4700 L 18800	Горизонтально
ПТК пилотируемый транспортный корабль	Ø 4475 H 7620	Вертикально
РОСС целевой модуль	Ø 4100 L 14600	Горизонтально
ЗЕВС ядерный буксир	Ø ~5000 L 24900	Горизонтально
Модуль лунной базы	□ 7600 H 10000	Вертикально

Таблица 2. Действующие стенды термовакuumных испытаний.

Стенд	Объем (м ³)	Габарит ОИ	ИСИ (Вт/м ²)	ОПУ(т)	Тип ОИ	Примечание
ВК600/300 НИЦ РКП	600	Ø 6 Н10	3*8 м 1400-1750	16	КА целиком	Требуется реконструкция ИСИ
ТБК-120 Решетнев	120	Ø 3.5 Н8	2*2 м 400-2800	Нет	Приборный отсек	Режимы без изменения ориентации
ГВУ-600 Решетнев	600	Ø 7.6 L7	4*4 м 800-1400	Нет	КА целиком	Режимы без изменения ориентации
СТВИ-2 НПЦ ОЭКН	~200	Ø 3 Н4	2*1.5 м 200-1700	10	Приборный отсек	Оснащен оптическим коллиматором

Таблица 3. Стенды ТВИ, требующие реконструкции.

Стенд	Объем (м ³)	Габарит ОИ	ИСИ (Вт/м ²)	ОПУ(т)	Тип ОИ	Примечание
ВК600/300 НИЦ РКП	600	Ø 6 Н10	3*8 м 1400-1750	16	КА целиком	Требуется реконструкция ИСИ
ВК-48 НПО Лавочкина	~1600	L 10 Н8	Гориз.4*6 м 200-1700 Верт.2*2 м 200-1700	30	КА целиком	Необходимо оснащение камеры вакуумной и криогенной системами, ИСИ, ИТП, ОПУ и АСУ
КВИ-8500 НИЦ РКП	8500	Ø 14 Н32	6*22 м 500-2000	100	КА целиком	Требуется масштабная реконструкция всего комплекса
ВК600/300 НИЦ РКП	600	Ø 6 Н10	3*8 м 1400-1750	16	КА целиком	Требуется реконструкция ИСИ

Сопоставляя данные из таблиц 1, 2 и 3 можно отметить следующее:

- КА НЭМ (научно-энергетический модуль) помещается в КВИ-8500 в вертикальном положении; проведение испытаний имеет крайне сомнительные перспективы по причине очень большого объема работ по реконструкции корпуса и испытательного стенда; кроме того, не обеспечивается требуемая ориентация КА.
- ПТК (пилотируемый транспортный корабль) может пройти испытания в ВК 600/300, однако при этом аппарата не помещается в пятно, создаваемое имитатором солнца

(диаметр аппарата 4,475 м, ширина пятна 3 м). Данный аппарат может быть полностью испытан в камере ВК-48.

- Ситуация с целевым модулем РОСС и ядерным буксиром ЗЕВС полностью аналогична ситуации с КА НЭМ – аппараты могли бы поместиться в КВИ-8500, оба в нерасчетном положении.
- Модуль лунной базы также помещается в КВИ-8500 в расчетном вертикальном положении, однако для него недостаточно ширины пятна засветки имитатора солнца – ширина пятна 6 м при ширине аппарата 7,6 м. Также габариты этого аппарата хорошо подходят к габаритам внутреннего пространства камеры ВК-48. Однако, перспективы испытать его в ВК-48 критически зависят от сроков принятия решения и начала финансирования работ по ее модернизации.

Подводя итог этим рассуждениям, можно сделать вывод, что ни один из действующих стендов не обеспечивает возможность проведения термовакуумных испытаний перспективных космических аппаратов. Среди стендов, требующих реконструкции, наилучшие возможности открывает стенд КВИ-8500, который в то же время требует наибольший объем работ по реконструкции. Напомним, что этот стенд был выведен из эксплуатации 1990-1991 г. и в настоящее время требуется как реконструкция стенда, так и реконструкция корпуса, в котором он находится. Камера ВК 600/300, введенная в строй в 1968 г., по-прежнему обеспечивает разнообразные испытания. Однако, и она требует внимания к своему техническому состоянию. В частности, требуется модернизация имитатора солнца с заменой ламп с водяным охлаждением электродом на современные лампы с воздушным охлаждением с целью улучшения ресурсных характеристик ламп и имитатора солнца.

Становится очевидным, что существующие стенды термовакуумных, даже при условии проведения полной реконструкции и ввода в эксплуатацию стендов КВИ-8500 и ВК-48, не обеспечивают возможность проведения тепловакуумных испытаний космических аппаратов для всех анонсированных миссий. Логичным выходом из сложившейся ситуации может быть сочетание двух подходов: поддержание в рабочем состоянии имеющихся стендов, реконструкция и модернизация ранее созданных стендов и создание новой испытательной базы на основе линейки новых стендов для термовакуумных испытаний. Исходя из широкой номенклатуры создаваемых аппаратов различных размеров представляется естественным разрабатывать именно линейку камер разного размера для испытаний КА различного размера. Подобная линейка могла бы включить в себя следующие камеры:

- Стенд для кубсатов/наносатов (габарит КА < 1 м);
- Малогабаритные КА (габарит КА ~1м);
- Среднегабаритные КА (габарит КА ~2-4м);
- Крупногабаритные КА (габарит КА >6-7 м).

2. Облик перспективных стендов ТВИ

Наиболее полно перечень требований к перспективным стендам можно резюмировать в виде следующего перечня:

Ключевые особенности:

- Возможность испытаний КА с габаритами Ø12 м и длиной 20 м в горизонтальной компоновке
- Возможность испытаний КА с габаритами Ø8 м и высотой 8 м в вертикальной компоновке
- Габариты внутреннего пространства (исходя из достижения требуемого значения критерия правдоподобности)
- Имитация Солнца с горизонтальной засветкой (засветка сбоку)
- Имитация Солнца с вертикальной засветкой (засветка сверху)
- Имитатор Солнца обеспечивает уровень освещенности от нуля до 10-12 солн.ед.
- Вращение объекта испытаний

- Минимальное требование: вокруг вертикальной оси
- Максимальное требование: 6 степеней свободы
- Криостатирование ОПУ
- Оптический коллиматор (при необходимости)
- Реальный стенд имеет цифрового двойника- виртуальную (верифицированную) лабораторию.

Отдельно следует рассмотреть возможность воспроизведения имитатором солнца уровней освещенности отличных от околоземных. В таблице 4 приведены уровни освещенности для орбит планет Солнечной системы [1]. Ни один из находящихся в эксплуатации стендов ТВИ с имитатором солнца не обеспечивает таких условий. Таким образом, испытания аппаратов для полетов в Венере, Марсу и Солнцу сталкиваются с невозможностью их проведения на существующих стендах. Так, например, среди перспективных миссий ядерного буксира ЗЕВС рассматривается полет с спутником Юпитера. Полет на Юпитер связан с гравитационным маневром аппарата вокруг Венеры, так что максимальная освещенность, которой будет подвержен аппарат в время полета, составляет более 2 солн.ед.

Таблица 4. Значения энергетической облученности у планет Солнечной системы.

Планета	Освещенность (солн.ед.)		
	Среднее значение	Значение в перигелии	Значение в афелии
Меркурий	6,67	10,58	4,59
Венера	1,91	1,94	1,89
Земля	1,00	1,034	0,97
Марс	0,43	0,52	0,36
Юпитер	0,037	0,04	0,0336
Сатурн	0,011	0,012	0,0099
Уран	0,0027	0,0030	0,0025
Нептун	0,0011	0,0011	0,0011
Плутон	0,0006	0,0012	0,0004

3. Заключение

Существующая на данный момент в нашей стране база для наземной экспериментальной отработки космических аппаратов является критически недостаточной для обеспечения испытаний аппаратов для миссий, анонсированных Роскосмосом на ближайшие 10-20 лет. В этих условиях видится необходимым планирование, бюджетирование и проведение следующих мероприятий:

- Требуется реконструкция и поддержание в рабочем состоянии установки ВК 600/300.
- Требуется реконструкция и ввод в эксплуатацию стендов ВК-48 и КВУ-8500.
- Требуется создание линейки новых стендов.

Список литературы

- [1] Международный стандарт ASTM E-490.

Испытательные стенды наземной экспериментальной отработки космических и летательных аппаратов

Д Е Алфимов

ООО «НПО ГКМП», 121357, Москва, Россия

E-mail: msk@gkmp32.com, gkmp@gkmp32.com

Аннотация. Создание испытательных стендов наземной отработки тепловакуумных режимов космических и летательных аппаратов сталкивается с разнообразными вызовами, начиная с моделирования их работы, проектирования, изготовления интеграции, заканчивая логистикой крупногабаритного оборудования к месту его монтажа у заказчика. Данная статья посвящена обзору предлагаемых решений по созданию таких комплексов. Отдельное внимание уделено созданию комплексных систем управления, контроля и регистрации результатов испытания летательных аппаратов и бортовой аппаратуры.

Космический аппарат, будучи запущен в космическое пространство, становится практически недоступным для того, чтобы быть отремонтированным в условиях орбитального полета. Как показано в работе [1], надежность его эксплуатации и штатной отработки им заложенного времени активного существования в большой степени обуславливается полнотой и достоверностью наземной экспериментальной отработки космического аппарата. Объектом испытаний является как сборочные части аппарата, так и он сам в целом.

Основными действующими факторами космического пространства на околоземных орбитах являются:

- температура теплового фона на уровне 4 К, так называемый «холодный» космос;
- отсутствие отраженного теплового потока, излученного в пространство космическим аппаратом (пренебрегая отраженным тепловым потоком от Земли, Луны и планет солнечной системы, что определяет условия так называемого «бесконечный» космос;
- тепловой поток от Солнца, Земли, Луны и тел Солнечной системы;
- высокий вакуум;
- невесомость.

Из перечисленных факторов наземные стенды экспериментальной отработки позволяют с приемлемой точностью воспроизвести первые четыре фактора. Невесомость остается фактором, крайне сложно воспроизводимым в наземных условиях. Можно представить испытательный стенд, построенный на борту самолета, допускающего испытания в условиях свободного падения, т.е., невесомости, однако, практических реализаций таких стендов неизвестно.

Наземные стенды экспериментальной отработки космических аппаратов получили название имитаторов космического пространства, или имитаторов космоса. Имитатор космоса воспроизводит первые четыре действующих фактора космического пространства: высокий вакуум, «холодный» и «бесконечный» космос и тепловые потоки от Солнца и тел Солнечной системы.

Каждый конкретный имитатор космического пространства является индивидуальным изделием, проектируемым и изготавливаемым под некий, более или менее, типовой набор космических аппаратов. Однако, он включает в свой состав примерно одинаковый набор подсистем, перечисленных ниже:

- вакуумная камера;
- откачная система (или система вакуумирования);

- внутрикамерные транспортные платформы с технологической оснасткой;
- система криостатирования и система азотообеспечения;
- имитаторы тепловых потоков (от Солнца, Земли, Луны и других тел Солнечной системы);
- имитаторы солнечного излучения;
- оптические коллиматоры с их фокальными узлами (для испытания оптико-электронных систем орбитального базирования);
- система управления и сбора данных.

Вакуумная камера — это основа испытательного комплекса. Вакуумная камера представляет собой герметичный объем, в котором создается вакуум. Размеры и конфигурация камеры зависят от размеров испытуемых изделий. Поскольку космическая эпоха началась с герметичных аппаратов, исторически первые испытательные стенды создавались на основе вертикальных вакуумных камер (среди них следует упомянуть установки ВК 600/300 и ТБК-120) [2]. Затем, с переходом к негерметичным платформам, системы терморегулирования потребовали проведения испытаний аппаратов в горизонтальном положении, что потребовало строительства горизонтальных камер (например, ГВУ-600). Размер камеры является компромиссом между условием обеспечения условия «бесконечного» космоса и приемлемыми габаритами с точки зрения технологических возможностей производства, логистических возможностей по перевозке корпуса от места ее производства к месту эксплуатации, а также бюджета проекта. Нет четко формализованных требований к выбору размера вакуумной камеры. Проект международного стандарта по термовакуумным и термобалансным испытаниям [3] устанавливает, что внутренний диаметр камеры должен быть больше диаметра окружности, описанной вокруг объекта испытаний, больше, как минимум, на треть этого диаметра, а оптимально – на его половину. Этот вопрос остается предметом наших дальнейших изысканий. Помимо размера, специфика испытаний космических аппаратов предъявляет и массу других специфических требований к вакуумной камере, материалам и технологиям, из которых и при помощи которых она изготавливается. Опыт изготовления корпусов вакуумных камер, накопленный к настоящему времени в ООО «НПО «ГКМП», позволяет следующим образом обобщить требования к корпусу вакуумной камеры:

- использование полированного материала для изготовления корпуса камеры ($Ra=0.8...1.2$ мкм) с толщиной листа до 30мм и толщиной фланцев 300 мм, сварные швы не хуже $Ra=2.5$ мкм;
- поузловое изготовление отдельных частей камеры, окончательная сборка и финишная обработка стыков и фланцев камеры на площадке Заказчика;
- возможность проведения технологической операции «отпуск», «старение» в вакуумной печи с габаритами садки диаметром 6500, высотой 4000 при температуре до 1250°C;
- возможность проведения «Вибрационного отпуска» металлоконструкции готовой камеры с помощью механических вибраторов;
- 100% контроль сварных швов и уплотнений с помощью капиллярного, масс-спектрометрического, ультразвукового, рентгеновского контроля (по требованию заказчика);
- для гарантированного обеспечения герметичности при циклическом открывании - закрывании технологических дверей и люков камеры используется многорядное уплотнение фланцев с откачкой атмосферы между ними;
- автоматическое, точное и плавное открывание дверей, крышек и люков.



Рисунок 1. Корпус вакуумной камеры для термовакуумных испытаний в процессе производства.

Среди перечисленных выше четырех действующих факторов космического пространства, главным из них является все же глубокий вакуум, определяющий особенности теплопередачи в условиях космического полета. Отсутствие атмосферы исключает конвективный теплообмен, и оставляет единственный механизм теплопередачи - радиационный. Верхняя граница остаточного давления в вакуумной камере, при которой данный эффект гарантированно воспроизводится, составляет 10^{-5} мм рт.ст. Типичным требованием к системе вакуумирования является возможность поддержания вакуума на уровне 10^{-6} мм рт.ст. Как правило, система вакуумирования строится по трехступенчатой системе. Первая ступень включает в себя механические форвакуумные насосы. Вторая ступень строится на основе турбомолекулярных насосов. Третья ступень работает на основе криогенных насосов. Отсутствие серийно производимых вакуумных насосов отечественного производства в настоящее время заставляет решать задачу импортозамещения данного вида высокотехнологичной продукции, и данная задача успешно решается. Собственные разработки нашего предприятия позволяют обеспечивать имитаторы космического пространства современными средствами обеспечения «качественным» вакуумом, а также системами управления вакуумированием и разгерметизации.

Следующим шагом к воспроизведению космических условий становится получение «бесконечного» космоса. Внутри вакуумной камеры данное условие обеспечивают криоэкраны – металлические экраны, установленные вблизи стенок вакуумной камеры, по которым циркулирует жидкий азот. Криоэкраны со стороны, обращенной к объекту испытаний, окрашиваются специальной черной краской, обеспечивающей максимальное значение поглотительной способности. Это приводит к тому, что тепловой поток, идущий от объекта испытаний, поглощается экраном и не возвращается назад к объекту испытаний, что и соответствует ситуации в условиях орбитального полета, когда тепловой поток от аппарата безвозвратно уходит в безграничный космос.

Собственная разработка и изготовление криогенной системы, крио емкостей, трубопроводов с экранно-вакуумной изоляцией, сепараторов, киноэкранов позволяет учесть все требования заказчиков, работать с температурами минус 190 ± 5 °С и тепловой нагрузкой $1,5$ кВт/м² и иметь следующие преимущества:

- за счет использования специальной схемы азотообеспечения и соответствующего оборудования имеется возможность рекуперации азота и его значительная экономия;
- собственное изготовление криоёмкостей и трубопроводов позволяет иметь минимальные участки без экранно-вакуумной изоляции;
- собственное изготовление криоэкранов позволяет изготавливать их сложной геометрической формы;

- применение специальных конструкций и технологии изготовления экранов уменьшает приток тепла от корпуса камеры до стенок экранов;
- схема обеспечения азотом позволяет работать без крионасосов;
- захлаживание камеры может проходить равномерно или по любому другому сценарию за счет автоматического управления клапанами.

Важной частью испытательного стенда является система имитации тепловых потоков. Ее назначение – воспроизводить тепловой поток от Солнца, Земли (главным образом) и от тел Солнечной системы (опционально).



Рисунок 2. Панель излучателей (слева) и одиночный излучатель (справа) системы имитации теплового потока.

Надежность и долговечность — это основные параметры излучателей тепловых потоков. Оптимальная, собственная конструкция тепловых излучателей, правильно подобранные материалы для их изготовления позволяют отвечать этим высоким требованиям. Использование современных комплектующих компонентов в реализации электрической схемы блоков питания гарантируют бесперебойную работу, удобство в эксплуатации и обслуживании оборудования в целом.

Система управления и сбора данных имитаторов космического пространства также является индивидуальной и самостоятельной системой для каждого комплекса.

Система управления реализовывает следующие функции:

- дистанционное и местное управление оборудованием;
- прием и первичную обработку значений технологических параметров и состояния оборудования;
- сбор и хранение полученной информации в базе данных;
- графическое отображение информации о выполнении технологического процесса и состоянии оборудования;
- формирования отчетных документов о ходе технологического процесса;
- протоколирование действий пользователя;
- аварийная сигнализация и управление тревожными сообщениями;
- обеспечение технологических защит;
- редактор для разработки человеко-машинного интерфейса;
- управление процессом проведения термовакuumными испытаниями;
- масштабируемость (наращивание системы);
- подвод мощности к световым и резистивным нагревательным элементам по 260 каналам до 2,5 кВт, переменным напряжением до 220 В;

- измерение температур на объекте исследования по 260 каналам измерения (термометры сопротивления). Погрешность измерения температуры должна составлять по каналу в целом не более $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$;
- измерение давления в камере по 2-м каналам с датчиков, установленных снаружи вакуумной камеры.

СУ обеспечивает управление процессами испытаний не менее чем с двух рабочих мест операторов, обеспечивает электроснабжением составные части систем и полностью безаварийный, безопасный режим испытаний, непрерывно производит самодиагностику с уведомлением оператора.

По размерам, конечно же, камера должна быть приближена к испытываемому изделию. Технологические особенности, используемые ООО «НПО «ГКМП» и принцип: «не изделие на станок, а станок на изделие...» позволяют изготавливать узлы камер и камеры практически любых размеров и геометрии. Единственное ограничение в габарите составных частей камеры это максимальный габарит, разрешенный к провозу авто и ж/д транспортом. По геометрическим параметрам камеры зависят от веса испытываемого изделия и могут быть цилиндрические, прямоугольные, сборные из нескольких отсеков, вертикальные горизонтальные одно дверные, проходные, с вертикальной и фронтальной загрузкой. Оптимальное разбиение на составные части, пригодные для транспортировки, наличие собственного автотранспортного подразделения и организация перевозки крупногабаритного изделия по дорогам общего назначения являются залогом гарантированной доставки изделия к месту его монтажа на территории заказчика.



Рисунок 3. Процесс упаковки частей корпуса вакуумной камеры для последующей транспортировки.



Рисунок 4. Части корпуса вакуумной камеры, погруженные на платформу для транспортировки.

ООО «НПО «ГКМП» имеет многолетний опыт сотрудничества с ведущими предприятиями и фирмами РФ, заинтересованными в использовании в своих технологических процессах имитаторов космического пространства. Так как испытательные, исследовательские комплексы такого типа являются единичными и индивидуальными для каждого производителя, то и подход к их созданию является сугубо индивидуальный. Начиная с разработки технического задания, основных расчетов, и технического проекта, где со специалистами Заказчика обговариваются все нюансы и тонкости технических параметров, которыми должен обладать исследовательский комплекс, создается рабочая конструкторская документация и изготавливается новое изделие. Опыт специалистов, технические и технологические наработки в проектировании изготовлении и гарантийном обслуживании таких комплексов позволяет ООО «НПО «ГКМП» братья за любые задачи по созданию имитаторов космического пространства и выполнять их качественно и в срок.

Список литературы

- [1] Теплообмен и тепловой режим космических аппаратов / Пер. с англ. под ред. Д. Лукаса, М.: Мир: 1974. – 543 с.
- [2] Подходы к созданию комплексных систем для отработки и испытания космических аппаратов, С.В. Кравченко, С.Б. Нестеров и др., М.:НОВЕЛЛА. 2012.- 31 с.
- [3] Проект комитета ИСО/CD 24412 Космические системы и их эксплуатация.

Стенд для имитации солнечного ветра: анализ требований, области применения и метрологическое обеспечение

Е А Шилов¹, А А Филатов², А А Кишалов², П Г Смирнов², А А Моисеев²

¹НИИ ПМЭ МАИ, 125993, г. Москва, Россия

²ООО «НПО Гелиосфера», 197374, г. Санкт-Петербург, Россия

³ООО «ОРБИТЕК», 121596, г. Москва, Россия

E-mail: filatov@geliosfera.com

Аннотация. При создании новой техники в аэрокосмической области, летательных и космических аппаратов с увеличенными сроками активного существования в околоземном космическом пространстве (ОКП) большое значение приобретает оценка изменения свойств конструкционных материалов и защитных покрытий внешних элементов их конструкции, а также прогноз по стойкости радиоэлектронных компонентов при воздействии разнообразных факторов космического пространства. К таким факторам относятся: низкое давление, изменение температуры при смене освещенности, космическое корпускулярное излучение (горячие ионы и электроны), в том числе солнечный ветер, световое солнечное воздействие, холодная космическая, в том числе ионосферная плазма.

1. Введение

При создании новой техники в аэрокосмической области, летательных и космических аппаратов с увеличенными сроками активного существования в околоземном космическом пространстве (ОКП) большое значение приобретает оценка изменения свойств конструкционных материалов и защитных покрытий внешних элементов их конструкции, а также прогноз по стойкости радиоэлектронных компонентов при воздействии разнообразных факторов космического пространства. К таким факторам относятся: низкое давление, изменение температуры при смене освещенности, космическое корпускулярное излучение (горячие ионы и электроны), в том числе солнечный ветер, световое солнечное воздействие, холодная космическая, в том числе ионосферная плазма. В зависимости от области пространства соотношение интенсивности действия того или иного фактора в общем воздействии меняется. Важно, что во всех случаях разные факторы действуют совместно, а номенклатура конструкционных материалов и элементов электронных компонентов велика и меняется в связи с технологическим прогрессом. Физика и характер взаимодействия любого из факторов космического пространства зависит, в том числе, и от свойств конструкционного материала, защитных покрытий, защитных средств для электронных компонентов. Следует также отметить, что прогноз состояния всех названных элементов должен распространяться на длительную временную базу. Например, для геостационарных КА не менее, чем на 15 лет. Все названные обстоятельства обуславливают крайнюю актуальность физического моделирования совокупности факторов воздействия космического пространства на различные критические элементы конструкции и электронные приборы летательных и космических аппаратов, конструкционные материалы. С этой целью должен быть создан экспериментальный стенд, включающий источники всех видов корпускулярного и фотонного воздействия на КА. Предметом исследования данного проекта являются имитаторы солнечного ветра и ионосферной плазмы как составной части экспериментального стенда наземной экспериментальной отработки систем и компонентов бортовой электроники, космических аппаратов и их составных частей на воздействие потоков

заряженных частиц и электромагнитных полей в космическом пространстве. Задаваемые характеристики имитаторов определяются свойствами указанных факторов ОКП. В обоих имитаторах можно использовать технологию высокочастотного (ВЧ) индуктивного разряда для создания плазмы с требуемыми параметрами.

Для имитатора солнечного излучения предлагается использовать смесь тяжелого газа (криптона) и гелия. Тяжелый газ будет являться при этом основным плазмообразующим газом, а гелий - примесным газом. Меняя величину расхода гелия в разрядную камеру устройства, можно будет менять плотность тока ионного потока с целью более точной имитации условий, соответствующих рассматриваемой области космического пространства, в которой планируется эксплуатировать космический аппарат. Для исключения попадания тяжелых ионов с высокой энергией на испытываемое изделие, на выходе из источника необходимо будет установить секционный поворотный магнит для разделения потока частиц по массам. Для моделирования параметров ионосферной плазмы разрабатывается имитатор, который за счёт использования ВЧ технологии сможет работать с химически активными газами, присутствующими в верхних слоях атмосферы Земли (преимущественно азот и кислород). После создания имитаторов будет проведен комплекс исследований воздействия потоков указанной природы на радиоэлектронные компоненты для образцов ракетно-космической промышленности и защитные покрытия внешних элементов конструкции летательных и космических аппаратов. На основании полученных результатов будут разработаны методические основы проведения многопрофильных испытаний по экспериментальной отработке разнообразных элементов.

Благодаря дистанционным наблюдениям с Земли и многочисленным прямым измерениям на космических аппаратах и спутниках уже на протяжении многих десятков лет хорошо известно, что межпланетное пространство постоянно заполнено плазмой. Потоки плазмы, направленные от Солнца, и магнитные поля в них были обнаружены косвенно намного раньше по наблюдениям связанных с ними геомагнитных возмущений, отклонений кометных хвостов и вариаций космических лучей. Эти потоки всегда существуют вокруг Солнца на достаточно больших расстояниях, превышающих несколько солнечных радиусов за пределами внешней короны Солнца. Они приобретают там почти радиальное направление, а их скорость превосходит скорость звука и альвеновскую скорость в несколько раз, так что поток носит сверхмагнитозвуковой характер. Поток плазмы практически всегда, за очень редкими исключениями, постоянно сохраняет свой сверхмагнитозвуковой характер до очень больших расстояний порядка сотни астрономических единиц от Солнца.

Солнечный ветер формируется как перманентный поток коронального вещества наружу от Солнца из-за отсутствия там полного термодинамического и механического равновесия. Обширная область вокруг Солнца, занятая солнечным ветром и магнитными полями, вплоть до контакта с локальной межзвездной средой, получила свое название – гелиосфера. Время движения плазмы от Солнца до Земли при $u \approx 400$ км/с составляет около 4 суток. Число Кнудсена $Kn > 1$, так что кулоновские столкновения не могут обеспечить полностью гидродинамический характер течения вблизи орбиты Земли. В солнечном ветре концентрация электронов совпадает с концентрацией ионов в пределах ошибок измерений. Вектор скорости солнечного ветра направлен практически радиально. Отклонения от этого направления могут достигать $10-15^\circ$ при средней дисперсии $\sim 5^\circ$. Наблюдаемая дисперсия объясняется неоднородностями межпланетной среды и вкладом альвеновских волн. Подробный анализ ориентации кометных хвостов, а также непосредственные измерения позволили обнаружить небольшую регулярную азимутальную составляющую в скорости солнечного ветра 3-10 км/с. Направление этой составляющей совпадает с направлением вращения Солнца.

Параметры солнечного ветра зависят от координат и времени. Средняя скорость солнечного ветра на орбите Земли оказывается наибольшей в годы спада солнечной активности. Объясняется это тем, что в этот промежуток времени Земля дольше всего оказывается погруженной в зону действия высокоскоростных потоков из циркумполярных корональных дыр, располагающихся вокруг магнитных полюсов на Солнце. Подобное явление имеет место и в

годы роста солнечной активности перед ее максимумом, но этот промежуток времени более кратковременный. Эта кратковременность фазы роста по сравнению с фазой спада возникает из-за нелинейного характера солнечной цикличности. В ходе солнечных циклов несколько меняется средняя плотность и температура солнечного ветра. Квазипериодическая часть соответствующих изменений находится приблизительно в фазе и в противофазе с изменениями скорости в солнечных циклах. На эти регулярные изменения наложены сильные спорадические флуктуации, связанные с отдельными корональными выбросами массы. Большинство из них приурочено к периодам высокой солнечной активности. Измерения основных параметров прямыми методами уже охватывают более четырех солнечных циклов и постоянно продолжаются в настоящее время.

Солнечный ветер неоднороден в пространстве. Плотность n и поток nv убывают с удалением от Солнца обратно пропорционально квадрату расстояния (r). Скорость солнечного ветра мало меняется с расстоянием. Температура электронов также слабо зависит от расстояния. Температура протонов за орбитой Земли T_p пропорционально r в степени $(-0,52)$, согласно данным КА PIONEER-10 при полете от 1 до 12,2 а. е. в 1972-1977 гг. Солнечный ветер существует в двух основных состояниях, называемых медленным солнечным ветром (МСВ) и быстрым солнечным ветром (БСВ), хотя их различия выходят далеко за рамки их скоростей. В области НОО ОКП наблюдается МСВ, формируемый протонами со скоростью 300-500 км/с, температурой ~ 100 МК и составом, близким к составу короны Солнца. Напротив, БСВ, также содержащий преимущественно протоны, имеет типичную скорость 750 км/с, температуру 800 МК и почти соответствует составу фотосферы Солнца. МСВ в два раза плотнее и более изменчив по своей природе, чем БСВ. Расчет по скорости протонов в МСВ и БСВ позволяет оценить их энергию примерно в 560 эВ и 2580 эВ, соответственно.

2. Прототип

В качестве прототипа для разработки экспериментального стенда в рамках настоящего проекта был выбран стенд для лабораторных исследований радиационно-электрических явлений в диэлектриках в НИИ интроскопии Томского политехнического университета - экспериментальный стенд «Прогноз», позволяющий моделировать процессы электризации материалов под воздействием электронов, ионов, плотной холодной плазмы и солнечного излучения в вакууме при различных температурах [1-12]. Экспериментальная камера из нержавеющей стали цилиндрической формы имеет диаметр 0,7 м и высоту 0,8 м. Давление в вакуумной камере примерно 10^{-6} Па достигается путем безмасляной откачки магнитоэлектрическими насосами. Двенадцать ячеек на вращающемся диске позволяют установить 11 образцов испытываемого материала и монитор для контроля параметров пучков частиц. Диск с образцами находится в контакте с прижимным термостатом, который служит для термостатирования образца при любой заданной температуре в диапазоне от -100° до $+60^\circ\text{C}$. Охлаждение термостата осуществляется путем подачи жидкого азота. Требуемая температура образца поддерживается системой термостабилизации с точностью до 2°C .

Космическое излучение имитируется посредством двух электронных и одной ионной пушек. Источником солнечного излучения в области длин волн $\lambda > 0,2$ мкм является ксеноновая лампа высокого давления ДКсР3000, имеющая спектр излучения, близкий к солнечному, Оптический тракт позволяет получать освещенность поверхности образца до 1 Вт на квадратный сантиметр. Для имитации спектра Солнца в области вакуумного УФ в качестве источника излучения применена газоразрядная лампа с прокачиваемым водородом. Ввод УФ-излучения в камеру осуществляется через окно из LiF. Пучки всех видов излучения через патрубки на боковой поверхности камеры сведены на образец. Имитация холодной космической плазмы осуществляется посредством плазмотрона, позволяющего получать в камере плазму со средней температурой электронов ~ 6 эВ и концентрацией до 10^9 в третьей степени единиц на кубический сантиметр. Контроль плотности и состава плазмы осуществляется с помощью масс-

спектрометра. Описываемый стенд можно рассматривать в качестве прототипа стенда, разрабатываемого в проекте.

Следует отметить, что стенд-прототип предназначен, в основном для исследования воздействия факторов космического пространства на диэлектрики. Разработанные создателями стенда методики количественного определения изменения свойств материалов ограничены этой проблемой.

Разрабатываемый в проекте стенд будет содержать некоторые источники-имитаторы различных факторов космического пространства, общие с прототипом. Однако, стенд по проекту рассчитан на более широкий круг исследуемых материалов. Стенд будет оснащен новой системой-имитатором солнечного ветра. В процессе исследований будут созданы соответствующее методическое обеспечение.

Весь цикл функционирования космических аппаратов на околоземных орбитах непосредственно связан со следующими воздействиями:

1. Высокая разреженность окружающей среды до $3 \cdot 10^{-10}$ Торр.
2. Перепад температур от -130 С до $+120$ С.
3. Солнечное излучение до $1,38$ кВт/м².
4. Потоки ионизированных частиц.

Совокупность данных факторов может приводить к различным сбоям в работе бортовой электроники. К примеру, под воздействием магнитосферной плазмы происходит накопление заряда, который может провоцировать возникновение электрических пробоев, влияющих на нормальное функционирование бортовой аппаратуры вплоть до ее выхода из строя.

Для исследования влияния данных факторов на элементы космических аппаратов разработаны специальные стендовые системы, позволяющие провести полную или частичную имитацию космических условий.

3. Заключение

В рамках работы выбран прототип экспериментального стенда наземной экспериментальной отработки систем и компонентов бортовой электроники, космических аппаратов и их составных частей на воздействие потоков заряженных частиц и электромагнитных полей в космическом пространстве.

Компьютерное моделирование и экспериментальная отработка перспективных систем инфракрасного нагрева: на пути к созданию виртуальной лаборатории термовакuumных испытаний

А А Филатов, А А Кишалов, П Г Смирнов и А А Моисеев
ООО «НПО Гелиосфера», 197374, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: filatov@geliosfera.com

Аннотация. При проектировании установок для проведения термовакuumных испытаний необходимо учитывать большой набор параметров, определяющих качество моделирования космического вакуума, в частности влияние размеров вакуумной камеры на радиационный теплообмен. В данной работе исследуется влияние относительного размера вакуумной камеры на радиационный теплообмен между объектом испытаний и криопанелями.

При проектировании установок для проведения термовакuumных испытаний необходимо учитывать большой набор параметров, определяющих качество моделирования космического вакуума, в частности влияние размеров вакуумной камеры на радиационный теплообмен.

В данной работе исследуется влияние относительного размера вакуумной камеры на радиационный теплообмен между объектом испытаний и криопанелями.

Объект испытаний и криопанели в вакуумной камере можно представить в виде замкнутой системы двух тел, в которой одно тело находится в полости другого (рисунок 1). Пусть рассматриваемые тела имеют потоки собственного излучения Q_1 и Q_2 . Тепловой поток с внутреннего тела Q_1 полностью попадает на поверхность внешнего тела, а тепловой поток от второго тела на первое попадает лишь частично.

Часть падающего теплового потока от первого тела поглощается поверхностью второго в соответствии с коэффициентом поглощения поверхности ($Q_1 A_2$), а другая часть потока отражается обратно ($Q_1(1-A_2)$), при этом на первое тело возвращается не весь отраженный поток. Затем часть этого потока отражается от внутреннего тела и так далее. В результате происходят многократные переотражения теплового потока, образующие результирующий тепловой поток между телами.

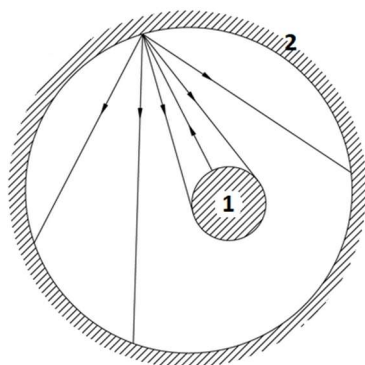


Рисунок 1. Модель системы тел.

Теплообмен излучением для рассматриваемой замкнутой системы тел хорошо изучен [1][2]. Тепловой поток, рассеиваемый с поверхности внутреннего тела, равен

$$q = \frac{\sigma(T_{e1}^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{F_1}{F_2} \left(\frac{1}{\varepsilon_2} - 1 \right)} = \sigma \varepsilon_{\text{eff}} (T_{e1}^4 - T_2^4), \quad (1)$$

где ε_{eff} – приведенная степень черноты; F_1 - площадь поверхности внутреннего тела, F_2 - площадь поверхности внешнего тела, ε_1 - степень черноты внутреннего тела, ε_2 - степень черноты внешнего тела, T_1 - температура внутреннего тела, T_2 - температура внешнего тела.

Здесь принимается допущение о равенстве поглощательной способности тела и степени черноты.

При отсутствии переизлучения тепла от поверхности внешнего тела (при $\varepsilon_2 = 1$) тепловой поток будет равен

$$q = \sigma \varepsilon_1 (T_1^4 - T_2^4) \quad (2)$$

Приравняем тепловые потоки и найдем температуру поверхности внутреннего тела при наличии переизлучения тепла от внешней поверхности

$$\varepsilon_1 (T_1^4 - T_2^4) = \varepsilon_{\text{eff}} (T_{e1}^4 - T_2^4), \quad (3)$$

Отсюда температура поверхности внутреннего тела

$$T_{e1} = \left[\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{\text{eff}}} (T_1^4 - T_2^4) + T_2^4 \right]^{\frac{1}{4}} \quad (4)$$

Очевидно, что при наличии переизлучения части теплового потока от внешней поверхности температура внутреннего тела будет выше на величину

$$\Delta T = \left[\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{\text{eff}}} (T_1^4 - T_2^4) + T_2^4 \right]^{\frac{1}{4}} - T_1 \quad (4)$$

Зависимость разности температуры тела при наличии и отсутствии переизлучений от внешней поверхности показано на рисунке 2 в зависимости от отношения площади внешнего тела к площади внутреннего тела. На рисунке 2 так же приводится разность температуры, полученная численным расчетом теплового излучения методом дискретных ординат. Результаты численного расчета хорошо совпадают с аналитическим решением.

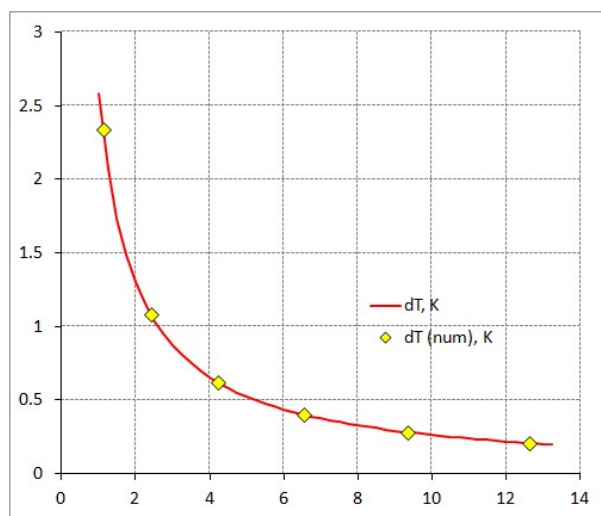


Рисунок 2. Разность температуры поверхности при наличии и отсутствии переизлучения с внешней поверхности.

Расчет производится для степени черноты внешнего тела (криоэкраны) равной 0.9, температуры внешнего тела 80К, степени черноты внутреннего тела (объект испытаний) 0.5.

Численный расчет теплового состояния системы двух тел выполняется для набора отношений площадей поверхностей при фиксированном тепловом потоке на поверхности внутреннего тела. В данной задаче внутренне тело представляет собой сферу диаметром 200 мм. Тепловой поток на поверхности тела 5 Вт.

Хорошо видно, что зависимость разницы температур от отношения площадей имеет форму, близкую к гиперболе. В пределе, когда $F_2 \rightarrow \infty$, приведенная степень черноты будет равна степени черноты внутреннего тела, и разность температур будет равен нулю.

При значении отношения площадей поверхности тел больше 4...6 разница температур убывает настолько медленно, что с практической точки зрения не имеет смысла значительно увеличивать внутренний объем криопанелей.

Рассмотрим влияние степени черноты поверхности криопанелей на разность температуры поверхности объекта испытаний (рисунок 3).

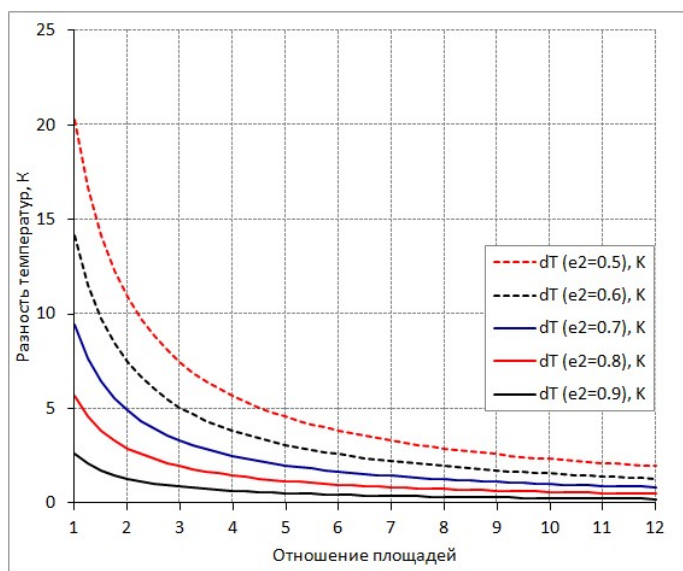


Рисунок 3. Разность температуры поверхности объекта испытаний при различной степени черноты поверхности криопанелей.

Хорошо видно, что степень черноты поверхности криопанелей оказывает значительно большее влияние на температуру поверхности объекта испытаний, чем отношение площадей поверхностей криопанелей и объекта испытаний.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что при отношении площадей криопанелей и объекта испытаний больше некоторой величины (4...6), оно (отношение площадей) оказывает незначительное влияние на температуру поверхности объекта испытаний при фиксированном тепловыделении на объекте испытаний. Такое соотношение площадей реализуется в большинстве камер для проведения термовакуумных испытаний. Степень черноты криопанелей при этом должна стремиться к 1.

Описанная выше модель камеры ТВИ хорошо применима для систем тел с простой геометрией. В случае сложной конфигурации вакуумной камеры и объекта испытаний (рисунки 4, 5) необходимо более детальное моделирование лучистого теплообмена внутри камеры. Хотя основные идеи, полученные на простой модели, так же будут работать.

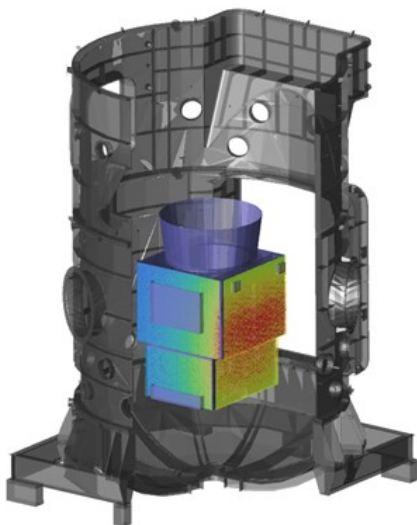


Рисунок 4. Объект испытаний внутри камеры ТВИ.

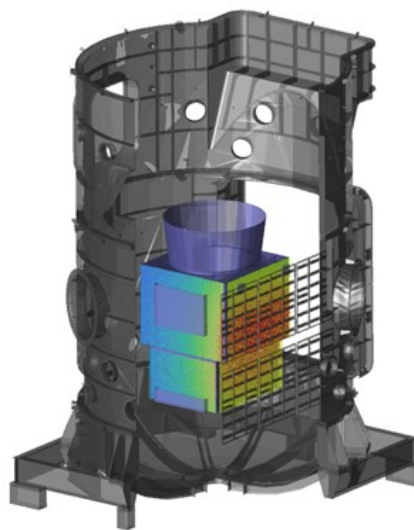


Рисунок 5. Объект испытаний внутри камеры ТВИ.

В случае успешного преодоления вычислительных проблем при создании лучевой модели КА в вакуумной камере с имитатором солнечного излучения, следующим шагом могло бы стать создание еще более сложной модели, включающей в себя тепловые и газодинамический аспекты ТВИ. Для объединения лучевой и тепловой моделей должен быть отлажен интерфейс передачи данных из лучевой модели (например, из ZEMAX® или LightTools®) о величинах и распределениях теплопритоков, обусловленных излучением имитатора солнца и излучением нагретых тел в вакуумной установке, дающих вклад в радиационный теплообмен, в тепловую модель (например, ANSYS®) для расчета и моделирования эффектов тепло- и массопереноса.

На рисунках 6-10 приведены результаты моделирования распределений энергетической освещенности на поверхностях КА.

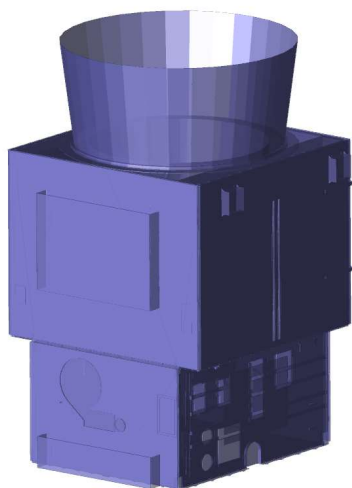


Рисунок 6. Совместная модель части космического аппарата с системой имитации теплового потока (объект испытаний).

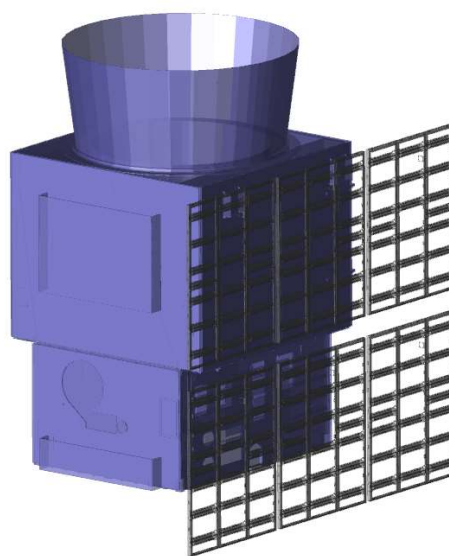


Рисунок 7. Совместная модель части космического аппарата с системой имитации теплового потока (объект испытаний и панели системы имитации теплового потока).

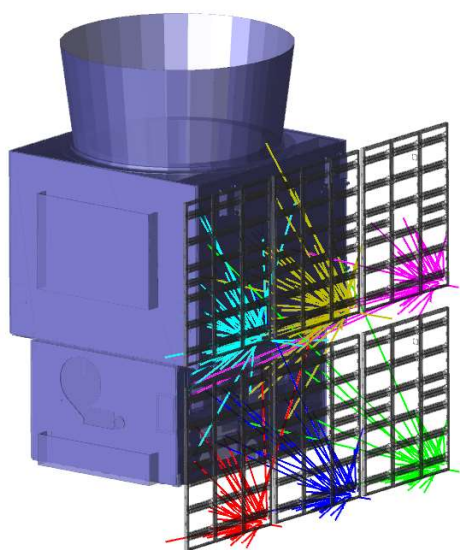


Рисунок 8. Совместная модель части космического аппарата с системой имитации теплового потока (трассировка лучей от ИТП к объекту испытаний).

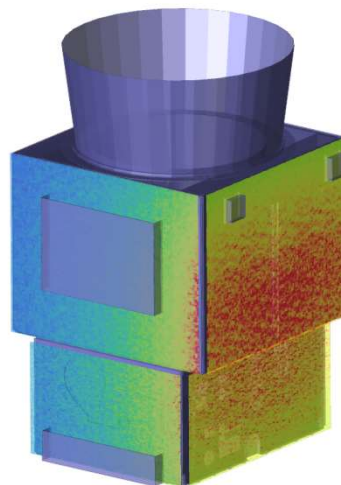


Рисунок 9. Совместная модель части космического аппарата с системой имитации теплового потока (результатирующее распределение облученности на поверхностях объекта испытаний).

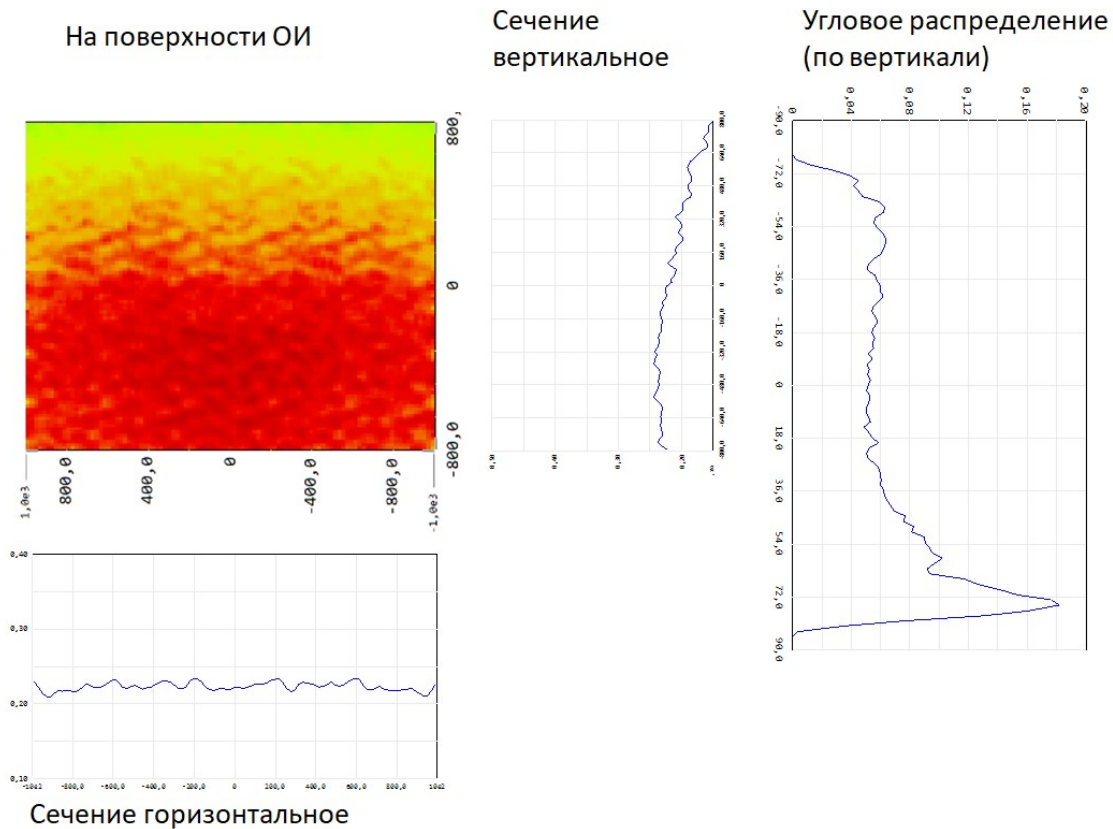


Рисунок 10. Распределение энергетической освещенности по плоскости объекта испытаний.

В настоящей работе рассмотрена простая модель лучистого теплообмена внутри замкнутой системы тел. В рамках этой модели было получено, что отношение площадей объекта испытаний и камеры ТВИ после определенной величины (4.6) не оказывает к значительного влияния на температуру объекта испытаний. Определяющим фактором является степень черноты поверхности криозкранов.

Современные программные средства позволяют проводить численно некоторые аспекты термовакуумных испытаний. Показан пример моделирования энергетической освещенности для сложной геометрической модели объекта испытаний и вакуумной камеры.

Список литературы

- [1] Фаворский О. Н., Каданер Я.С., Вопросы теплообмена в космосе, «Высшая школа», 1967 г., стр 248.
- [2] Исаченко В.П., Теплопередача. Учебник для вузов, Изд. 3-е, перераб. и доп. М., «Энергия», 1975, 488 с. с ил.

Численное моделирование и экспериментальная валидация ИК нагревателей различной формы

А А Моисеев, А А Филатов, А А Кишалов, П Г Смирнов
ООО «НПО Гелиосфера», 197374, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: moiseev@geliosfera.com

Аннотация. В ходе термовакуумных испытаний для моделирования тепловых потоков (ИТП) на поверхностях космических аппаратов используются имитаторы тепловых потоков, обеспечивающие заданное распределение потока на поверхности. В качестве источника тепловых потоков исследуются конусный нагреватель с окрашенной в черный внутренней поверхностью и нихромовый проволочный нагреватель. В данной работе демонстрируются приближенные к реальным показатели температуры численного эксперимента, как стационарные, так и во времени.

1. Моделирование сопряженной задачи трассировки лучей и теплообмена

В рассматриваемых задачах сочетается теплообмен в твердом теле (Heat transfer insolid) и теплообмен излучением от поверхности к поверхности (Surface-to-surface). Так как моделируются излучатели в вакууме, то газодинамическая составляющая и конвекция отсутствуют.

С поверхностей объектов, с элементов сетки (фасеты) выпускаются лучи. В то время как траектории лучей вычисляются - лучи поглощаются, отражаются на поверхностях тел, проходят сквозь прозрачные объекты пока их интенсивность не станет очень мала, или они уйдут далеко от исследуемой геометрии. Параметр интенсивности, при котором лучи перестают моделироваться соответствует $1e-3$. В случае если в какой-то области плотность лучей недостаточна, для получения равномерного облучения, производится адаптация (итерационно до нескольких раз) и лучи расщепляются.

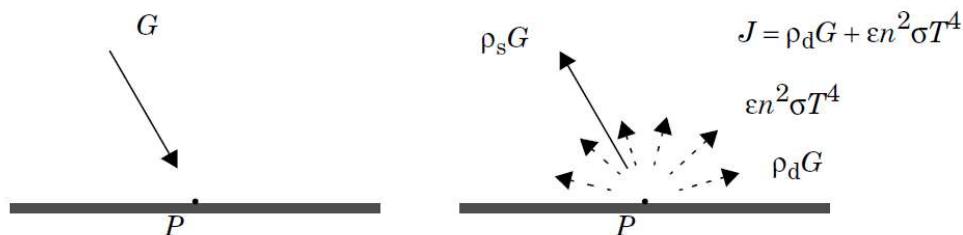


Рисунок 1. Взаимодействие излучения с поверхностью.

На рисунке 1: J – Светимость поверхности P , G – Освещенность поверхности P , ρ_s – Доля Зеркального отражения, $\rho_s G$ - Зеркальная составляющая отраженного излучения, ρ_d – Доля диффузного отражения, $\rho_d G$ - диффузная составляющая отраженного излучения, $\epsilon n^2 \sigma T^4$ – Мощность излучаемая на всех длинах волн по закону Стефана-Больцмана, n^2 – площадь поверхности, T – температура поверхности, σ – постоянная Стефана-Больцмана, ϵ – коэффициент излучательной способности, q - входящий лучистый тепловой поток.

Уравнение теплового потока на поверхности:

$$q_r = (1 - (\rho_d + \rho_s))G - \varepsilon e_b(T) \quad (1)$$

$$J = (1 - (\rho_d G + \rho_s))G + \varepsilon e_b(T) \quad (2)$$

$$e_b(T) = n^2 \sigma T^4 \quad (3)$$

Уравнение теплопроводности для Твердых тел:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (q + q_r) = 0 \quad (4)$$

2 Моделирование конусного нагревателя

Конструкция (рисунок 2) представляет собой алюминиевый конус диаметром основания 900мм, высотой 300 м, толщиной обечайки 2 мм. Внутренняя поверхность конуса покрыта черной краской (Эмаль АК-243 со степенью черноты 0,92). Наружная поверхность конуса покрыта ЭВТИ толщиной 4 мм, степень черноты 0,05. Нагреватели размещены на наружной поверхности конуса под ЭВТИ.

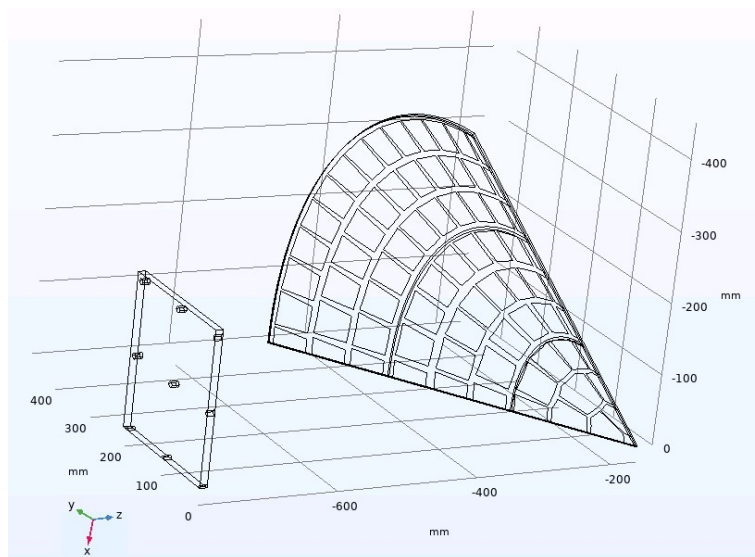


Рисунок 2. Геометрия расчетной модели. Элемент симметрии 1/4.

Задачей численного моделирования было подобрать форму и мощность плоских нагревателей для получения равномерного распределения температуры на внутренней поверхности конуса при условии температуры окружающей среды -160 град.С. Применялся стационарный трехмерный решатель. Размер сетки 473000 тетраэдров.

Таблица 1. Материалы и их свойства. Конусный нагреватель.

	Плотность	Теплопроводность	Теплоемкость	Степень черноты
Нерж. сталь	7860	13	500	0.4
Алюминий	2700	200	900	0.2
Текстолит	1800	0,3	1000	0.85
ЭВТИ	-	0,001	900	0.05

В таблице 1 представлены материалы с их свойствами. Так как источники тепла представляют собой каптоновую пленку с тонким нагревательным элементом, то они смоделированы как поверхностный источник.

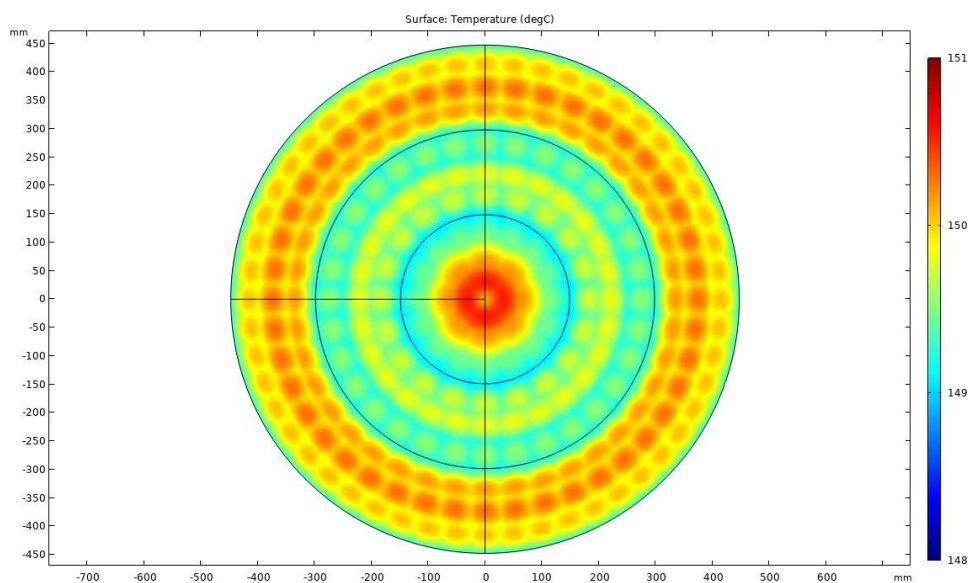


Рисунок 3. Температурное поле внутренней поверхности конуса.

В результате было подобрано три типа нагревателей, разделенных на три зоны. В центральном секторе нагревателей применяется три типа нагревателей. Для среднего и наружного секторов применяется один тип нагревателей. Для равномерного температурного поля по трем секторам подаются следующие интегральные тепловые потоки: центральный - 1450 Вт/м², средний - 1950 Вт/м², наружный 2150 Вт/м². Такое распределение тепловых потоков позволяет получить равномерное температурное распределение с неравномерностью ± 2 С°.

3. Эксперимент конусного нагревателя

Проведен физический эксперимент. Напротив конусного источника тепловых потоков установлен щит 410x410 мм толщиной 10 мм из текстолита с размещенными на нем 25 термосопротивлениями (ТТ4-РТ100В-Т180-ОМ52-500) с шагом 100 мм. Термосопротивления подключены к АЦП Е14-440. Оборудование было размещено в вакуумной камере. Камера была выведена на давление 0,001 Па.

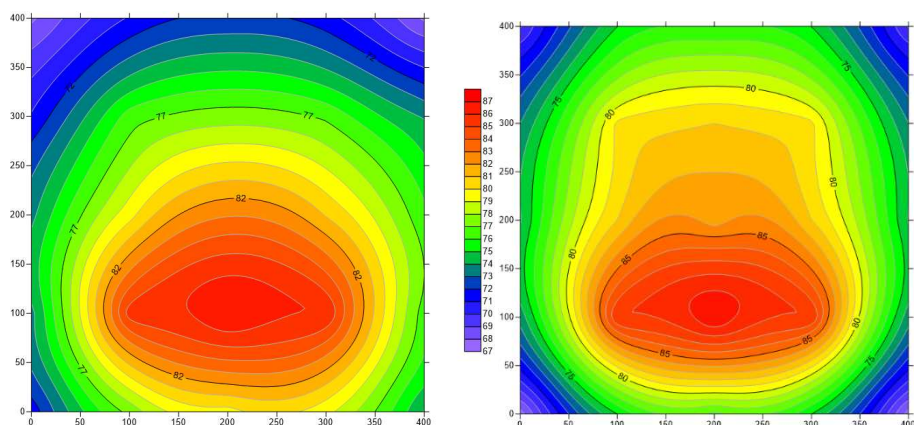


Рисунок 4. Температурное поле, построенное по показаниям термопар: слева – эксперимент, справа – моделирование.

Показания термопар в численном моделировании отличаются от эксперимента на -3 градуса. Вытянутое пятно, смещенное относительно центра, обусловлено наличием в конструкции измерительного щита отполированной планки 300x80 мм на расстоянии 40 мм на тыльной стороне, которая служит защитой для клемм подключения термосопротивления. Форма пятна отличается в некоторой степени из-за влияния в эксперименте стен, потолка, пола и других конструктивных элементов вакуумной камеры, а также применяемой для эксперимента оснастки.

4. Моделирование проволочного нагревателя

Конструкция проволочного источника тепловых потоков представляет собой раму 1000x1000мм с размещенными на нем 50 метрами проволочного нагревателя диаметром 1,5мм из нихрома, и с отражающим (отполированным) экраном на расстоянии 70 мм расположенным за нагревателем. Элементы крепления нагревателя не моделировались. Применялся стационарный трехмерный решатель. В таблице 2 представлены материалы и их свойства примененные в данной модели.

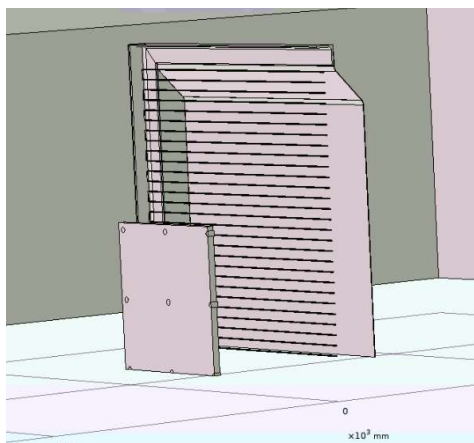


Рисунок 5. Геометрия расчетной модели. Элемент симметрии ¼.

Таблица 2. Материалы и их свойства. Проволочный нагреватель.

	Плотность	Теплопроводность	Теплоемкость	Степень черноты
Нерж. сталь	7860	13	500	0,4
Текстолит	1800	0,3	1000	0,85

Нагреватель моделируется как светящаяся поверхность заданной температуры со степенью черноты 0,75, что соответствует степени черноты нихрома. Исходя из численного анализа температура нагревателя соответствует 352 С°, при условии подачи 220 В на два сектора длиной по 25 м.

Уравнение для поверхностного источника тепла:

$$J = \varepsilon n^2 \sigma T^4 \quad (5)$$

Сетка модели состоит из 40900 тетраэдров, для рамы и отражателя и 1075000 прямоугольных ячеек из которых состоит нагреватель.

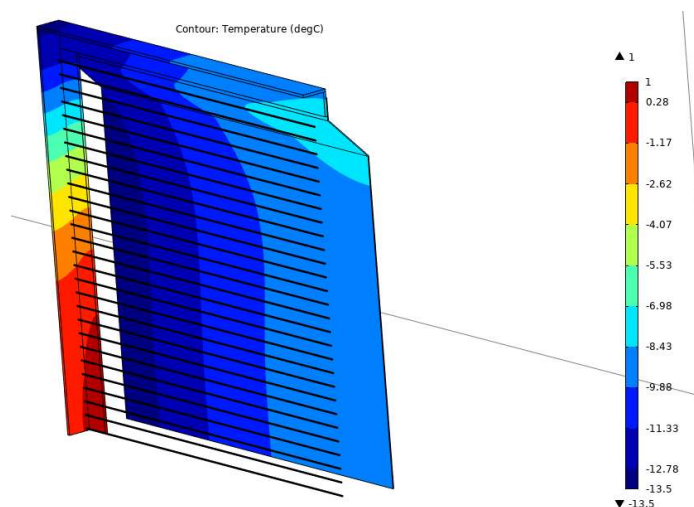


Рисунок 6. Температурное поле конструкции нагревателя.

На рисунке 6 продемонстрировано температурное состояние сегмента $\frac{1}{4}$ нагревателя при условии температуры окружающего пространства -160 C° .

5. Эксперимент с проволочным нагревателем

Проведен физический эксперимент. Напротив проволочного источника тепловых потоков установлен щит из текстолита с размещенными на нем 25 термосопротивлениями (рисунок 7). Физический эксперимент проводился при комнатной температуре и давлении $0,001\text{ Па}$.

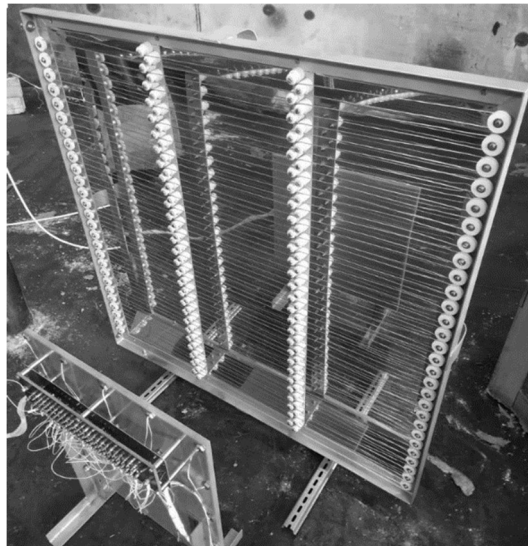


Рисунок 7. Фотография размещения оборудования для физического эксперимента.

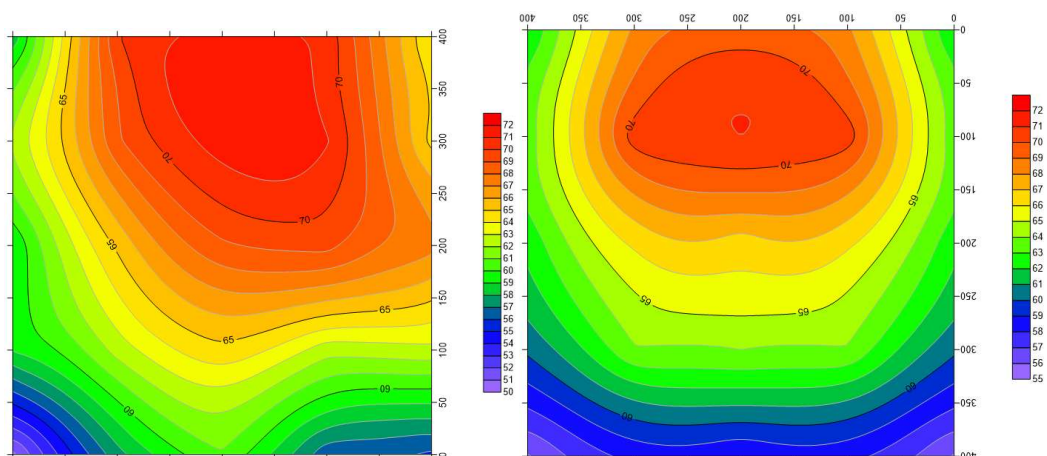


Рисунок 8. Температурное поле, построенное по показаниям термопар: слева – эксперимент, справа – моделирование.

На рисунке 8 представлены температурные поля физического и численных экспериментов. Температурные диапазоны совпадают по верхней границе. По нижней границе есть отличия на холодных «углах» в пределах 5 градусов. Форма пятна отличается в некоторой степени из-за влияния в эксперименте стен, потолка, пола и других конструкционных элементов вакуумной камеры, а также применяемой для эксперимента оснастки.

6. Нестационарный выход на режим проволочного нагревателя

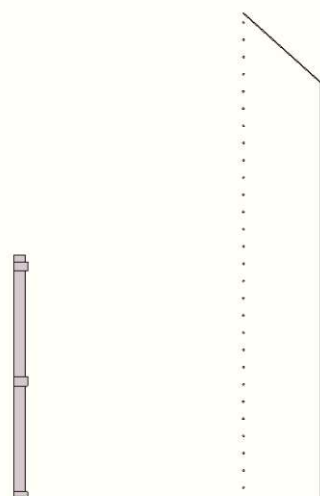


Рисунок 9. Геометрия для двумерного нестационарного численного моделирования.

Для моделирования выхода на режим был применен двумерная модель и нестационарный решатель. Такой подход считаем применимым ввиду симметрии как нагревателя, так и измерителя. Сравнение эксперимента и численной модели проводилось по показаниям центральной термосопротивления. В физическом эксперименте до выхода центральной термопары на постоянную температуру прошло 100 минут. Моделирование проводилось с шагом по времени 1 секунда. Параметры модели: материалы и начальные условия были такими же, как и в трехмерном стационарном случае. Начальное температурное значение 23 С°.

Показания центральной термопары по времени из численного эксперимента с высокой точностью ложится на результаты физических испытаний.

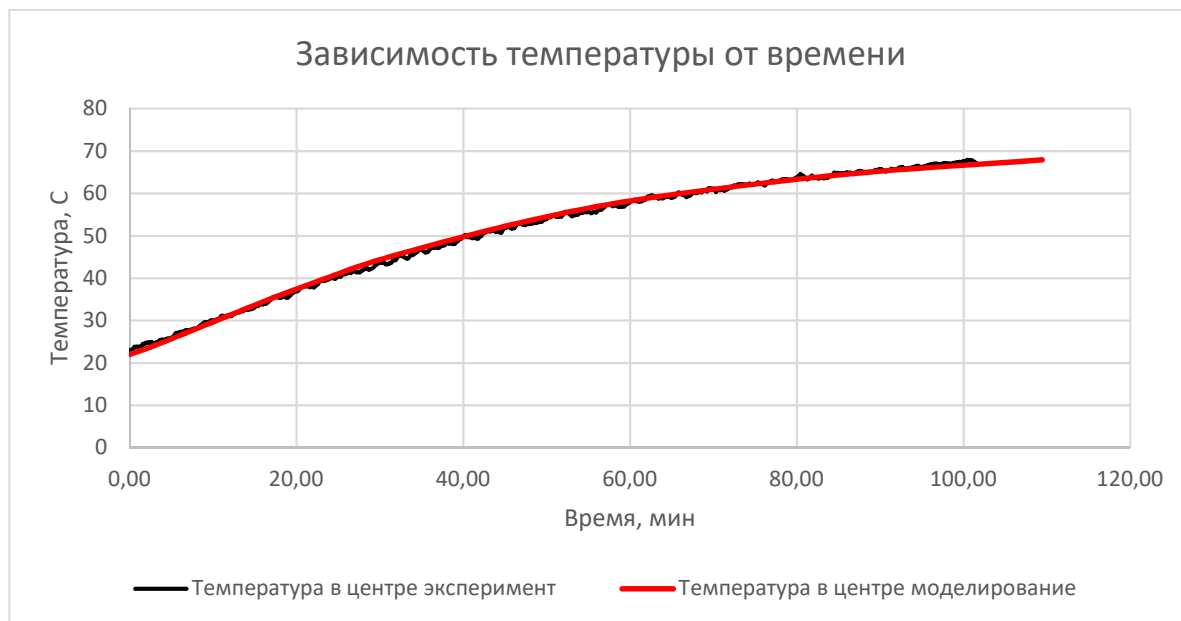


Рисунок 10. Наложение показаний центральной термопары физического и численного эксперимента.

7. Заключение

Численного моделирования источников тепловых потоков демонстрирует высокую точность при сравнении с физическим экспериментом. В результате проведенной валидации можно говорить о применимости представленных численных методов для проектирования источников тепловых потоков, а также возможном проведении численных экспериментов для виртуальных объектов испытаний, пусть и в упрощенной геометрии.

Список литературы

- [1] Под редакцией Шейндлина А Е, Излучательные свойства твердых материалов, Справочник: Москва, «Энергия», Изд-во МАИ, 1974.
- [2] Modest M F, Radiative Heat transfer, The Pennsylvania State University, Academic press.

Статус работ по вакуумной системе инжектора СКИФ

А М Семенов^{1,2}, В В Анашин¹, Л Л Белова¹, А Н Журавлев^{1,4}, А А Краснов^{1,3,4}, В С Кузьминых¹, А Е Левичев^{1,4}, Е Б Левичев^{1,2,4}, О И Мешков^{1,3,4}, О А Павлов¹, П А Пиминов^{1,4} и С В Сняткин^{1,4}

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный технический университет, 630073, Новосибирск, Россия

³ Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия

⁴ Центр коллективного пользования Сибирский кольцевой источник фотонов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федеральный исследовательский центр Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: A.M.Semenov@inp.nsk.su

Аннотация В ИЯФ СО РАН в настоящее время производится проектирование и изготовление систем инжекции и накопительного кольца источника синхротронного излучения поколения 4+ ЦКП СКИФ на энергию электронов 3 ГэВ, током 400 мА и рекордным эмиттансом 7 пм·рад. В данной работе представлен статус работ по вакуумной системе инжектора ЦКП СКИФ.

1. Введение

В Новосибирске строится источник синхротронного излучения (СИ) 4+ поколения ЦКП СКИФ [1], который состоит из линейного ускорителя (Линак), бустера-синхротрона, каналов перепуска и выводов СИ и самого накопителя, в котором предполагается получить рекордный эмиттанс пучка (75 пм·рад) для достижения которого необходим сверхвысокий вакуум. Поскольку по своим параметрам он превосходит многие зарубежные аналоги, то предъявляются повышенные требования ко всем подсистемам, и к вакуумной системе в том числе.

В данной статье представлен статус работ по вакуумной системе инжектора ЦКП СКИФ, в который входит линейный ускоритель, бустер и два перепускных канала. С точки зрения вакуумной техники, все составные части инжектора представляют из себя непрогретые протяженные вакуумные структуры (суммарной длиной около 400 метров) с распределенной откачкой и требованием на среднее динамическое давление остаточных газов не более 10^{-8} мбар.

2. Линейный ускоритель

Линейный ускоритель (Линак) состоит из трех основных частей (рисунок 1): источника электронов, системы группировки и предускорения и регулярных ускоряющих структур. В каждой части имеются элементы, обеспечивающие фокусировку и диагностику пучка, а также необходимые вакуумные условия.

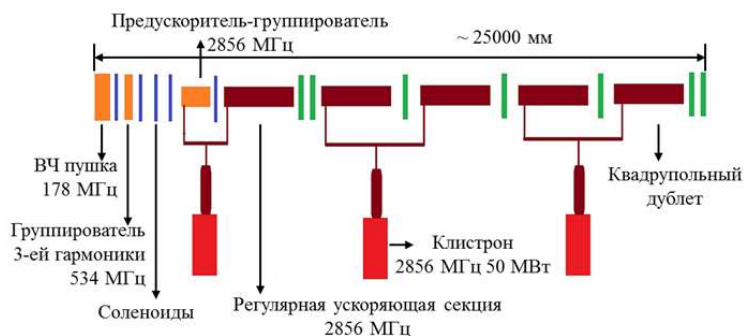


Рисунок 1. Схематичный вид линейного ускорителя инжектора СКИФ.

К основным компонентам линейного ускорителя относятся следующие подсистемы.

- Источник электронов – СВЧ пушка с рабочей частотой 178.5 МГц.
- Резонатор группировки пучка с частотой 535.5 МГц (третья гармоника рабочей частоты СВЧ пушки).
- Предускоритель-группирователь (ПГ), представляющий собой структуру на бегущей волне ($2\pi/3$) с частотой 2856 МГц.
- Основная ускоряющая структура (УС, 5 секций длиной 3 м каждая) на бегущей волне ($2\pi/3$) с частотой 2856 МГц.
- Три клистрона, питающие ПГ и пять секций основной УС. Параметры клистрона – частота 2856 МГц, номинальная мощность 50 МВт длительностью импульса до 4 мс.

Высокий вакуум достигается магниторазрядными насосами (скорость откачки 40 л/с).

На линейном ускорителе внедрены усовершенствованные методы диагностики пучка, с применением материалов мало изученных или совсем не изученных, с точки зрения вакуумной техники, такие как сцинтиллятор Р43, изготовленный методом осаждения и вспененный диоксид кремния (аэрогель).

Для контроля поперечного профилем пучка используются люминофорные датчики. В связи с тем, что электроны с энергиями 0,6 МэВ тормозятся и испытывают сильное рассеяние в слое вещества с толщиной десятые доли миллиметра, существует необходимость введения люминофорного экрана непосредственно вовнутрь вакуумной камеры. Поэтому люминофорное покрытие должно быть совместимым с рабочим вакуумом линейного ускорителя. Наиболее эффективным по преобразованию энергии электронов в видимый свет является люминофор Р43. В таблице 1 представлены измеренные результаты термического газовыделения из люминофора Р43 (нанесен на подложку методом электрофоретического осаждения) в зависимости от длительности откачки и условий измерения [3].

Измерение продольного распределения заряда осуществляется методом разрушающей диагностики и основан на использовании черенковского излучения, регистрируемого стрик-камерой. Для энергии электронов, равной от 600 кэВ до 200 МэВ, появляется возможность использовать в качестве радиатора вспененный диоксид кремния или аэрогель с коэффициентом преломления $n = 1,05$. Полное число черенковских фотонов с учетом углового распределения составило примерно 10^{10} . Аэрогель применяется более 20 лет в ускорителях заряженных частиц, но до сих пор, с точки зрения вакуумной техники, он мало изучен [2]. На рисунке 2 представлены измерения коэффициента термического газовыделения из аэрогеля.

Таблица 1. Коэффициент термического газовыделения для люминофора Р43.

Время	q, л·мбар/(с·см²)
Откачка №1	
24 ч	4,7E-8
48 ч	1,33E-8
72 ч	9,3E-9
23 дня	7,4E-10
После прогрева №1	
72 ч	1,0E-10
Напуск воздуха до атмосферного давления. Откачка №2	
24 ч	1,1E-8
72 ч	2,6E-9
После прогрева №2	
3 дня	1,35E-11
4 дня	2,1E-12
5 дней	1,8E-12
Напуск воздуха до атмосферного давления. Откачка №3	
24 ч	2,4E-10
48 ч	4,8E-10
72 ч	2,5E-10
7 дней	1,6E-11

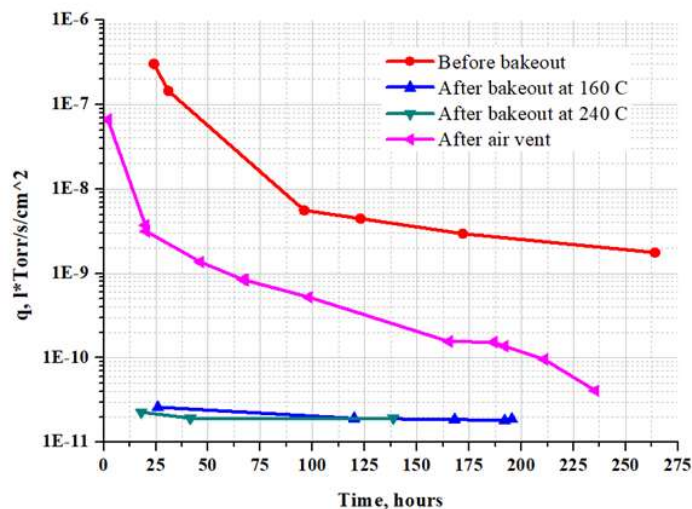


Рисунок 2. Термическое газовыделение из вспененного диоксида кремния (аэрогеля) в зависимости от длительности откачки и предварительных условий подготовки образцов.

В настоящее время идет изготовление ускоряющих структур (4 шт), волноводных трактов для четырех ускоряющих структур и клистронов (2 шт). Также был собран и запущен в эксплуатацию на территории ИЯФ СО РАН стенд Линака до 20 МэВ, на котором удалось получить проектные параметры. На рисунке 3 показаны сигналы с датчиков тока и размеры пучка на люминофоре.

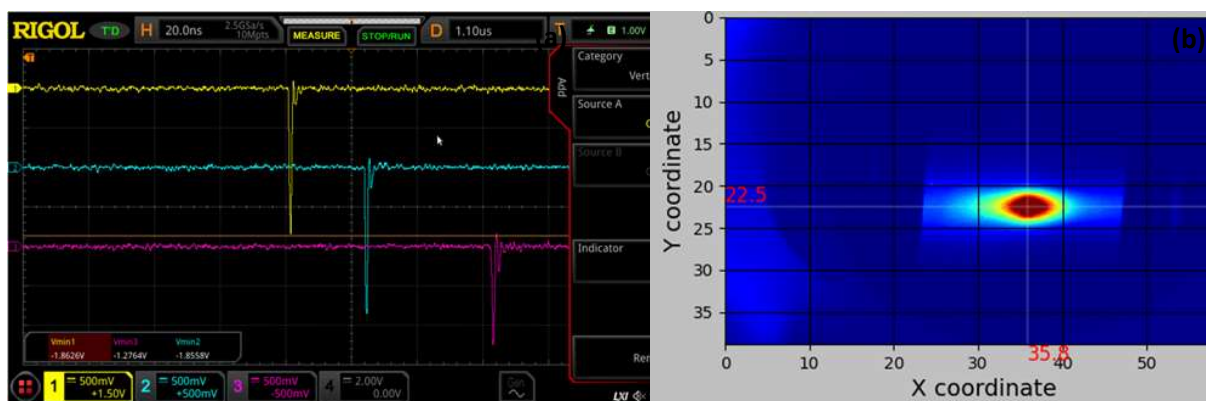


Рисунок 3. Сигналы с датчиков тока FCT Bergoz: желтый – после пушки, голубой – перед ПГ, фиолетовый – после УС. (а) и пучок на люминофоре в спектрометре (б).

3. Бустер-синхротрон

Бустерный синхротрон является модернизированной копией бустера для NSLS-II (БНЛ, США) и предназначен для ускорения пучка электронов из линейного ускорителя с энергией 200 МэВ до проектной энергии основного кольца 3 ГэВ и частотой повторения 1 Гц.

Вакуумная система бустера состоит из четырех суперпериодов, (каждый включает поворотную секцию длиной около 31 м и прямолинейный промежуток длиной 8 м), изолированных друг от друга цельнометаллическими электропневматическими клапанами с временем срабатывания ~2÷3 с. Высокий вакуум достигается магниторазрядными насосами (скорость откачки 40 л/с), расположенными на расстоянии около 2 м друг от друга (15 насосов в поворотных секциях, 6 – в резонаторном промежутке и по 2-3 в остальных прямолинейных промежутках). Рисунок 4 показывает схему вакуумной системы бустера. Более подробно можно ознакомиться в работе [4].

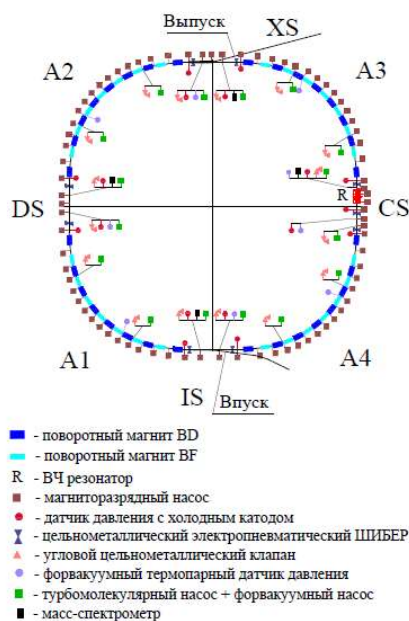


Рисунок 4. Общая схема вакуумной системы бустера.

В настоящее время все вакуумные камеры бустера изготовлены, за исключением, керамических камер кикеров и люминофорных датчиков.

3. Перепускные каналы Линак-Бустер и Бустер-Накопитель

Высоковакуумная откачка состоит из магниторазрядных вакуумных насосов с быстротой откачки, равной 40 л/с по азоту. Магниторазрядные насосы располагаются на расстоянии 8÷10 метров друг от друга. Для предотвращения прорыва атмосферы в Линак, Бустер или Накопитель в начале и конце канала устанавливаются быстрые аварийные электропневматические шиберы (время срабатывания ~ 10 мс).

На данный момент канал Линак-Бустер изготовлен полностью, а второй канал находится в стадии проектирования и изготовления.

Благодарности

Работа частично выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ЦКП СКИФ.

Список литературы

- [1] ЦКП «СКИФ» <https://srf-skif.ru/>.
- [2] Q Zhao, J Bähr, I Bohnet, K Flöttmann, D Lipka, D Richter, F Stephan, 2001. *Proceedings of the 2001 Particle Accel. Conf., (Chicago, USA)*, pp 2299 – 2301.
- [3] A M Semenov, A V Burdakov, A A Krasnov, etc, 2021. *Proceedings of the 2021 Intern. Particle Accel. Conf., (Campus, Brazil)*, pp 2447 – 2449.
- [4] АМ Семенов, 2015, Кандидат. диссер., ИЯФ СО РАН, Новосибирск.

Оптимизация системы откачки и расчёт динамического давления в накопителе СКИФ

В В Анашин¹, В А Кайгородцев¹ и А А Краснов^{1,2,3}

¹ Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

² Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск, Россия

³ Центр коллективного пользования Сибирский кольцевой источник фотонов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федеральный исследовательский центр Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090, Новосибирск, Россия

E-mail: v.kaygorodtsev98@mail.ru

Аннотация. В работе приведены численные расчеты потоков синхротронного излучения и профиля давления в вакуумной камере накопительного кольца источника синхротронного излучения поколения 4+ СКИФ. Расчет выполнялся при помощи пакета программ Molflow+, Synrad+; численные расчеты хорошо согласуются с аналитическими оценками. Предложена экспериментальная установка для исследования фотостимулированной десорбции на канале СИ ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН, на которой будут облучаться прототипы вакуумных камер накопителя СКИФ. Основными целями будущих экспериментов являются совершенствование методов финальной очистки вакуумных камер и получение исходных данных для прогнозирования динамики давления остаточных газов в накопителе СКИФ и будущих ускорительных установок с интенсивным синхротронным излучением.

1. Введение

Строящийся в Новосибирской области источник синхротронного излучения поколения 4+ СКИФ (Сибирский кольцевой источник фотонов) состоит из линейного ускорителя, бустерного синхротрона и накопительного кольца. Из линейного ускорителя электроны с энергией 200 МэВ попадают в бустер, где ускоряются до 3 ГэВ, после чего инжектируются в накопитель. Полный ток пучка 400 мА. Накопительное кольцо СКИФ состоит из 16 сегментов, каждый из которых представляет собой линейный промежуток длиной 6 метров и арку длиной 23,75 метров. Полный периметр кольца равен 476 метрам. Откачка на прямолинейных промежутках — крио конденсационные насосы и плёнки нераспыляемых геттеров (NEG), на арках — сосредоточенные комбинированные насосы.

Основные вакуумные требования к накопителю СКИФ: вакуумное время жизни (τ_{gas}) 10 часов и среднее давление (\bar{P}) $2,5 \cdot 10^{-9}$ торр в азотном эквиваленте при номинальном токе (I_n) 400 мА [1]. Средний поток фотонов синхротронного излучения (СИ) на стенки вакуумной камеры накопительного синхротрона СКИФ составит $2 \cdot 10^{18}$ фотон/(м·с). При таком интенсивном излучении, основную газовую нагрузку на систему откачки составят молекулярные потоки с внутренних стенок камеры, возникающие в следствии фотостимулированной десорбции.

Исследование взаимодействия синхротронного излучения со стенками вакуумной камеры ускорителя целесообразно проводить на прототипах камер накопителя СКИФ. Геометрия, материал, внутреннее покрытие прототипов должны быть максимально приближены к реальным вакуумным камерам установки, поскольку именно от этих параметров зависит характер взаимодействия синхротронного излучения с вакуумной камерой.

2. Синхротронное излучение в вакуумных камерах

Фотостимулированная десорбция в камере ускорителя происходит в два этапа: под действием синхротронного излучения происходит высвобождение электронов со внутренней поверхности камеры (фотоэффект); затем фотоэлектроны взаимодействуют со стенками, вследствие чего происходит десорбция молекул с поверхности камеры [2].

Для описания фотостимулированной десорбции используют коэффициент фотостимулированной десорбции η [молекул/фотон], который определяется как количество десорбированных с поверхности молекул на один падающий фотон или по формуле:

$$\eta = \frac{Q}{k_B T \Gamma}, \quad (1)$$

где Q [Па·м³/с] — поток молекул, десорбированных с поверхности вследствие взаимодействия СИ со стенками вакуумной камеры; k_B [Дж/К] — постоянная Больцмана; T [К] — температура остаточного газа; Γ [фотон/с] — фотонный поток [2].

По мере накопления фотонной дозы происходит так называемая тренировка поверхности, в результате которой поверхность частично очищается и накапливает простые нелетучие соединения (углерод, например). В результате коэффициент фотостимулированной десорбции уменьшается по мере накопления фотонной дозы D как показано на рисунке 1. Зависимость коэффициента η от фотонной дозы приблизительно описывается соотношением:

$$\eta = \eta_0 \frac{1}{1 + \left(\frac{D}{D_{1/2}}\right)^\varepsilon}, \quad (2)$$

где η_0 [молекул/фотон] — начальное значение коэффициента десорбции; D [фотон/м] — накопленная фотонная доза на единицу длины; $D_{1/2}$ [фотон/м] — фотонная доза на единицу длины ($D > D_{1/2}$), при которой коэффициент фотостимулированной десорбции равен половине начального значения η_0 ; ε — показатель степени, который лежит в пределах $(2/3) \leq \varepsilon \leq 1$ для вакуумных камер при комнатной температуре [2], например, на рисунке 2 для сплошной линии $\varepsilon \approx (2/3)$, для пунктирной $\varepsilon \approx 1$.

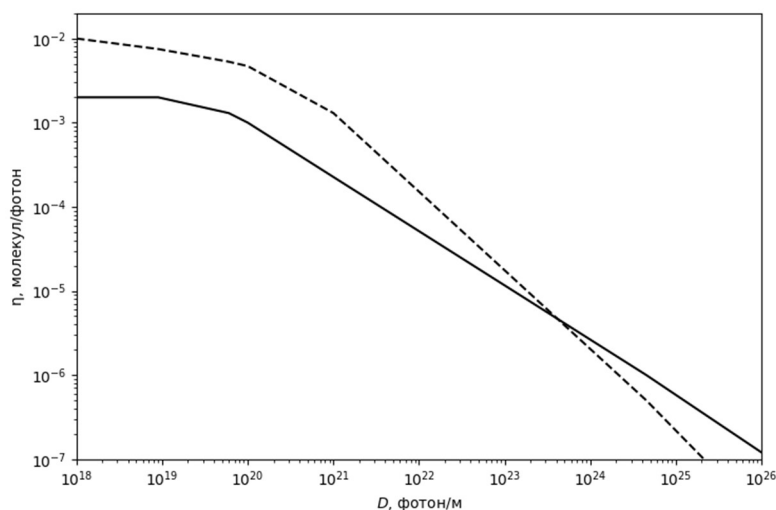


Рисунок 1. Пример зависимости коэффициента фотостимулированной десорбции молекул СО от накопленной фотонной дозы (сплошная линия — данные из [3], пунктирная — из [4]), для $D > 10^{23}$ фотон/м коэффициент десорбции экстраполирован [5].

3. Численный расчёт потоков СИ и давления в накопителе

Предварительные аналитические расчёты потоков СИ и динамического давления молекул остаточного газа были сделаны в работе [1]. По оценкам, приведенным в данной работе, время тренировки накопителя СКИФ составит 2,5 месяца. Однако, приведённые расчёты сильно зависят от входных параметров, а также могут зависеть от допущений по усреднению фотонных и молекулярных потоков. Поэтому в реальной установке необходимое время тренировки может заметно отличаться от теоретического.

Для численных расчётов давления, потоков СИ и рассеиваемой мощности внутри камеры накопительного кольца СКИФ использовался разработанный в CERN пакет программ Molflow+ и Synrad+ [6]. Обе программы используют трассировку лучей (ray tracing) для отслеживания движения молекул и фотонов соответственно внутри камеры ускорителя. Геометрия внутренней поверхности вакуумной камеры может быть задана интегрированными в пакет инструментами или импортирована из сторонней САПР.

Для расчёта потоков СИ и рассеиваемой мощности в накопителе в Synrad+ была импортирована упрощённая геометрия гладкой внутренней поверхности вакуумной камеры накопительного кольца СКИФ. При расчёте были учтены все магнитные элементы структуры кольца, генерирующие синхротронное излучение (отклоняющие магниты и смещённые квадруполь). Поскольку программа учитывает отражения фотонов от стенок камеры с учётом угла падения фотонов, их энергии, материала камеры, шероховатости и пр., в качестве материала камеры был указан алюминий, шероховатость поверхности 3 мкм. Номинальный ток пучка 400 мА. Поверхность камеры разбивается на мелкие участки, размеры которых задаются пользователем, и программа учитывает количество падающих на них фотонов, конвертируя полученные значения в поток и мощность. Полученные данные можно экспортировать для дальнейшей обработки.

Особенностью пакета программ Molflow+ и Synrad+ является использование глобальных координат. Поскольку большой интерес представляет распределение потоков СИ, мощности и давления относительно траектории пучка (s), для перевода глобальных координат в относительные и вычисления полной мощности и среднего и полного фотонного потоков была написана программа на языке программирования Python.

Средний поток $\Gamma_{cp} = 2,13 \cdot 10^{18}$ фотон/(м·с); полный поток на суперпериод $\Gamma_{\Sigma} = 6,34 \cdot 10^{19}$ фотон/с. Полная мощность на суперпериод $P_{\Sigma} = 13,3$ кВт. Полученные численным методом данные хорошо согласуются с аналитическими оценками.

Полученные в Synrad+ данные о потоках СИ в вакуумной камере экспортируются в Molflow+. При экспорте данных задаётся закон, по которому происходит очистка поверхности синхротронным излучением: по табличным данным или по формуле (2), где пользователь задаёт параметры η_0 [молекул/фотон], $D_{1/2}$ [фотон/см²], ε . В случае накопителя СКИФ были выбраны $\eta_0 = 5 \cdot 10^{-3}$ молекул/фотон, $D_{1/2} = 1,18 \cdot 10^{16}$ фотон/см², $\varepsilon = 0,67$ (данные из таблицы 2). Поскольку в Molflow+ используется поверхностная плотность фотонного потока [фотон/см²], а не линейная [фотон/м], для перевода величины $D_{1/2}$ из таблицы 2 было принято допущение, что поток СИ азимутально распределён равномерно, т. е. $D_{1/2} = (10^{19} \text{ фотон/м})/(\pi d) = 1,18 \cdot 10^{20}$ фотон/м² или $D_{1/2} = 1,18 \cdot 10^{16}$ фотон/см², где d — внутренний диаметр камеры (27 мм).

Были проведены расчёты для разных времён тренировки (0, 10, 100, 1000, 2000 и 10 000 часов). Распределение насосов приближено к будущему реальному их расположению в накопителе. Полученные результаты представлены на рисунке 2 (p_{cp} на легенде рисунка означает среднее давление в арке накопителя, т. е. без учёта покрытых NEG прямолинейных участков суперпериода).

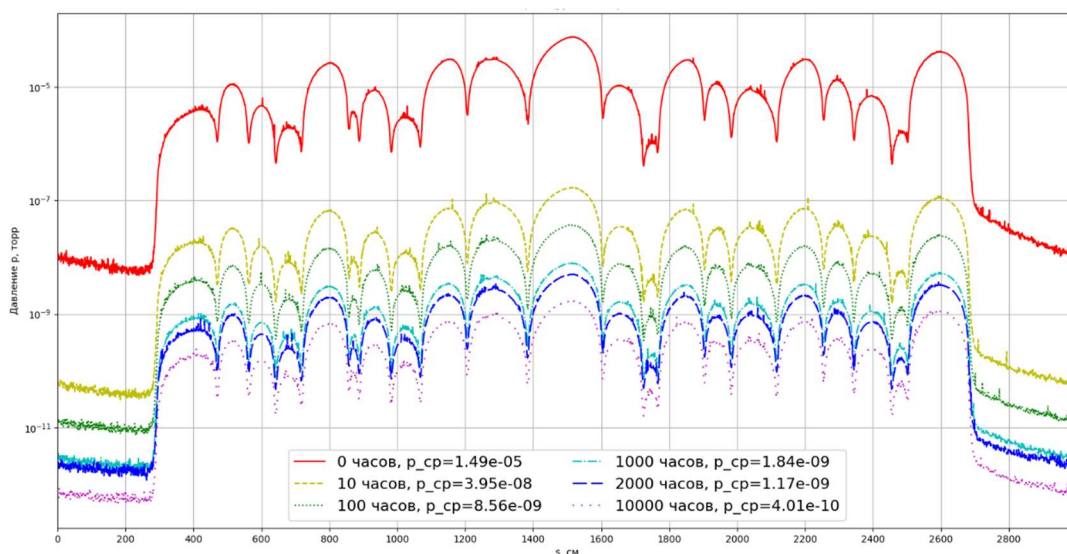


Рисунок 2. Профиль давления СО p [торр] вдоль координаты пучка s [см] в суперпериоде СКИФ после тренировки 0 ч, 10 ч, 100 ч, 1000 ч, 2000 ч и 10 000 ч.

Как видно из рисунка 2, необходимое среднее давление по СО ($2,5 \cdot 10^{-9}$ торр) достигается уже после 1000 часов (41,7 суток) тренировки. Следует отметить, что при численном расчёте не учитывалось соотношение $\dot{P} \cdot I = 10^{-9}$ торр·А, т. е. полагалось, что ток пучка с начального момента времени равен 400 мА.

Кроме того, интерес представляют пики на графике профиля давления на координатах $s = 1500$ см и $s = 2600$ см. Поскольку насосы в этих местах удалены друг от друга на достаточно большом расстоянии, вакуум здесь заметно хуже, чем на других участках суперпериода. Одним из возможных решений этой проблемы может стать покрытие этих участков NEG.

4. Предлагаемая схема эксперимента

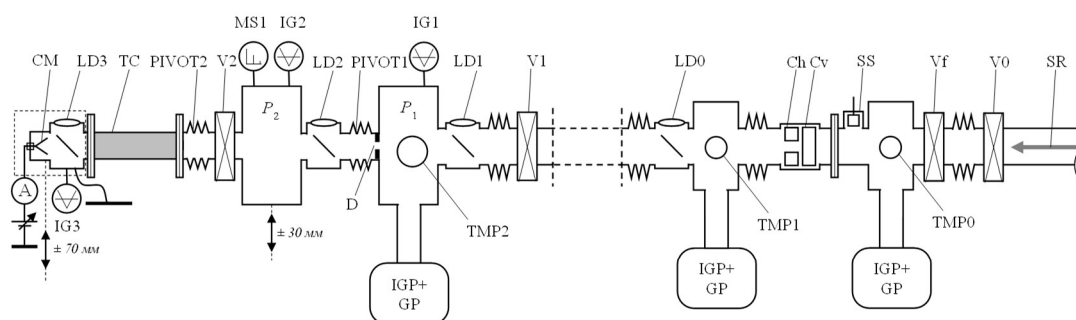
Для уточнения полученных аналитических и численных оценок предлагается экспериментальная установка для исследования фотостимулированной десорбции, изображённая на рисунке 6.

Установка, на которой будут облучаться прототипы вакуумных камер накопителя СКИФ, будет расположена на канале СИ ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН. Также целями будущих экспериментов являются совершенствование методов финальной очистки вакуумных камер и получение исходных данных для прогнозирования динамики давления остаточных газов в накопителе СКИФ и будущих ускорительных установок с интенсивным синхротронным излучением.

По каналу СИ пучок частиц проходит через коллиматоры и попадает на люминофор, где производится наблюдение, контроль и определение размеров пятна пучка. В вакуумной камере 1 насосом обеспечивается давление p_1 , эта камера отделена от соседней камеры 2 стенкой с отверстием с известной вакуумной проводимостью C . Давление p_2 в камере измеряется вакууметром, также там будет установлен масс-спектрометр для контроля состава остаточного газа. Пройдя эти две камеры, СИ попадает в прототип камеры накопителя, где происходит фотостимулированная десорбция. Из формулы (1) коэффициент фотостимулированной десорбции η_i для газа i можно найти, зная разницу давлений p_1 и p_2 :

$$\eta_i = \frac{(p_{2,i} - p_{1,i})C_i}{k_B T \Gamma}, \quad (3)$$

где $p_{1,i}$ и $p_{2,i}$ [Па] — парциальные давления газа i в камерах 1, 2 соответственно ($p_{2,i} > p_{1,i}$); C_i [м³/с] — вакуумная проводимость для газа i [2].



SR — синхротронное излучение; V0, V1, V2 — шибберы; Vf — быстрый шиббер; TMP0, TMP1, TMP2 — цельнометаллические клапаны (турбомолекулярные насосы); IG+GP — комбинированные (ионно-геттерные+геттерные) насосы; SS — радиационная заслонка; Cv, Ch — вертикальный и горизонтальный коллиматоры; LD0, LD1, LD2, LD3 — люминесцентные датчики; MS1 — масс-спектрометр; IG1, IG2 — ионизационные вакууметры; D — диафрагма (с вакуумной проводимостью C); PIVOT1, PIVOT2 — точка поворота; TC — тестовая вакуумная камера; CM — калориметр

Рисунок 3. Схема экспериментальной установки по исследованию фотостимулированной десорбции.

5. Вывод

В работе проведено численное моделирование распределения потоков СИ, рассеиваемой мощности и профиля давления остаточных газов в накопителе источника синхротронного излучения СКИФ при помощи разработанного в CERN пакета программ Molflow+, Synrad+. Полученные результаты хорошо согласуются с ранее проведёнными аналитическими оценками. Предлагается экспериментальная установка для исследования фотостимулированной десорбции. Целями будущих экспериментов будут получение зависимости коэффициента фотостимулированной десорбции от накопленной фотонной дозы в прототипе камеры СКИФ, определение оптимального метода предварительной химической очистки камеры, сравнение экспериментальных результатов с полученными численными расчётами и уточнение входных данных для численного расчёта в пакете программ Molflow+, Synrad+.

Благодарности

Работа частично выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ЦКП СКИФ.

Список литературы

- [1] Анашин В В, Гусев Г А, Жуков А А, Краснов А А, Кузьминых В С, Пиминов П А и Семенов А М 2022 *Материалы 29-й научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника» (Крым, Судак)* (М.: Электровacuумные технологии) с 163–76.
- [2] Malyshev O B 2020 *Vacuum in Particle Accelerators: Modeling, Design and Operation of Beam Vacuum Systems* (Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA).
- [3] Foerster C L, Halama H and Lanni C 1990 *J. Vac. Sci. Technol. A* **8** 2856–9.
- [4] Herbeaux C, Marin P, Baglin V and Gröbner O 1999 *J. Vac. Sci. Technol. A* **17** 635–43.
- [5] Malyshev O B 2012 *Vacuum* **86** 1669–81.
- [6] Kersevan R and Ady M 2019 *Proc. 10th Int. Partile Accelerator Conf (Melbourne, Australia)* (JACoW Publishing) pp 1327–30.

Development of vacuum equipment for sub-terahertz astronomy and space missions

A N Chernikov^{1,2}, A A Gunbina¹, V S Edelman³, A I Eliseev¹, A Krasilnikov¹, I V Lesnov¹, M A Mansfeld¹, N V Tyatyushkin¹, E L Pevzner¹, A V Vdovin¹ and V F Vdovin¹

¹Federal Research Center A.V. Gaponov-Grekhov Institute of Applied Physics of the Russian Academy of Sciences (IAP RAS), 46 Ul'yanov Street, Nizhny Novgorod, 603950, Russia

²Joint Institute for Nuclear Research 6 Joliot-Curie St, Dubna, Moscow Region 141980, Russia

³P.L. Kapitza Institute for Physical Problems Russian Academy of Sciences, 2 ul. Kosygina, Moscow, 119334, Russia

E-mail: vdovin@ipfran.ru

Abstract. The report presents the results of the development of cryo-vacuum chambers for radio astronomy receivers in the sub-terahertz frequency range, as well as test vacuum chambers for ground-based testing of new and advanced devices and materials under conditions of deep cryogenic cooling and vacuum.

The development of highly sensitive receiving equipment in the subterahertz (subTHz) frequency range and the implementation of a series of space missions related to the launch of these receivers into orbit had one of the most difficult and sensitive sections, the cryogenic and vacuum equipment for space and ground testing of equipment and technologies. The authors of the article have made some contributions to this area of research and development, presented below.

Deep cryogenic (helium and subhelium temperature levels) cooling of receivers reduces their noise to fundamental quantum limits and require high vacuum Dewars (cryostats) for them.

As part of the work on development a series of receivers for ground-based radio astronomy, 4K vacuum cryostats cooled by closed cycle refrigerators were developed for various temperature levels, shown in Figures 1-4, with main technical characteristics [1,2].

Cooling systems of this level, having a relatively low cooling capacity, to ensure it, require the placement of cooled devices in vacuum conditions, sufficient depth to reduce to a negligible level of heat transfer through the residual gas in the cryostat.

Its value for cryostats cooling radio astronomical receivers to the levels of hydrogen (10-20 K) and helium temperatures (2-4 K), with characteristic dimensions with a volume usually not exceeding 1-2 dm³, will have a level not exceeding a fraction of a percent the cooling capacity of the cooling system already at a vacuum level of units minus 3 degrees Torr. Reasonable levels of cooling capacity here have values in the vicinity of 1 watt (0.25-2).



Figure 1. Cryostat for 20K cooling of Shottky Barrier Diode 4 mm receiver (the 1-st!) RT-22.



Figure 2. Cryostat for 4 K cooling of 3 mm SIS mixer receiver RT-22 Simeiz telescope.

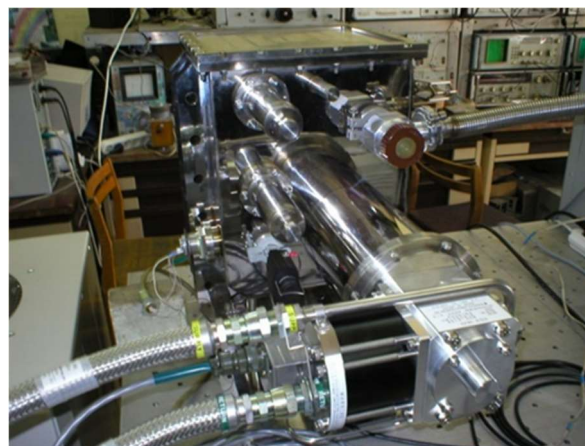
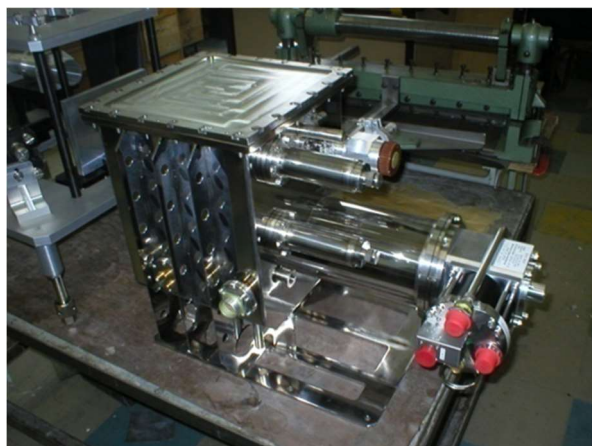


Figure 3, 4. Vacuum Dewar for 4K cooling of 3&2 mm SIS mixer receiver Metsahovy telescope.

It is easy to provide such a vacuum at the initial stage of preparing the receiver by a simple turbomolecular pump. The use of cryotemperatures, as they are reached in the cryostat, provides a unique opportunity to turn off the external cryopump and use the cryosorption of the cooling system for free to further maintain a sufficient vacuum level to prevent an increase in the level of heat exchange between the cooled part of the cryostat and the receiver inside with the environment at a temperature of ~ 300 K. To ensure effective cryosorption, all developed cryostats are equipped with a specialized cryosorption device - a cryopump in the form of a container with activated carbon, previously cleaned and annealed. The size of the pump is selected from the requirements of the operating conditions of the cryostat, its characteristics, including the level of leaks into the vacuum cavity through seals and

degassing of the internal contents, including external walls, windows, inlets and vacuum seals of detachable connections.

The task of providing a vacuum that excludes significant heat exchange between the cooler and the outer walls for sub-K cooling systems required for ultra-high-sensitivity sub-THz bolometric receivers is much more difficult. Here, the cooling capacity is several orders of magnitude lower (sometimes it does not exceed hundreds of nanowatts) and the requirements for the residual vacuum are much stricter. However, even this problem was successfully solved by combining a low-vacuum turbomolecular pump and a cryosorption insert. For quite a long time (a week or more) it was possible to maintain a balance. For cases requiring a longer period of maintaining a stable deep vacuum, minus 6 to minus 8 degrees Torr, sufficient to reduce heat transfer in receiver-specific designs to levels well below a microwatt, an additional built-in intermittent pumping system based on a getter pump was developed and used. Shown in figure 7.

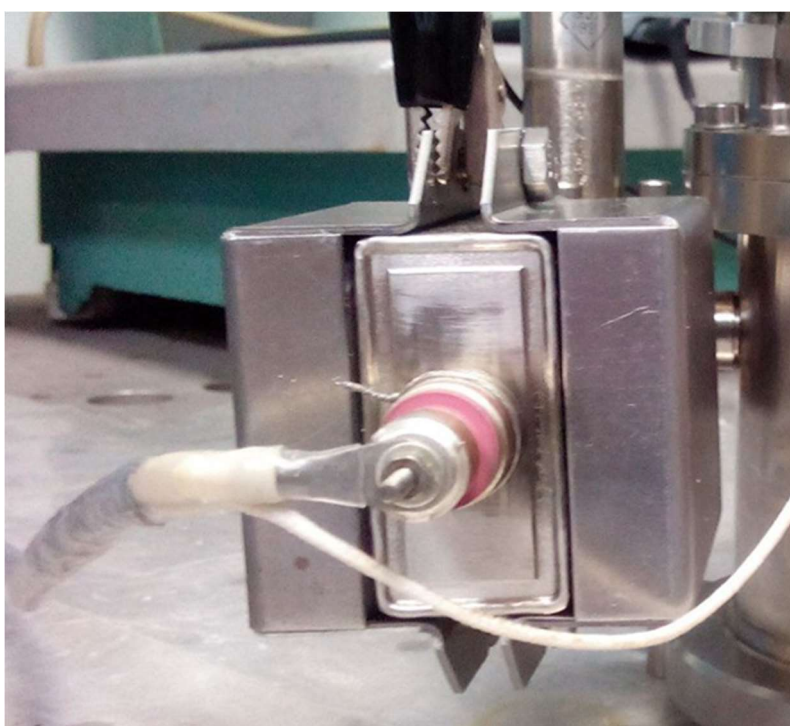


Figure 5. High vacuum getter pump.

Table 3. Performances of a getter pump.

Performance	Velocity (ms ⁻¹)
Pump speed	10 ⁵ l/s
Prepump required	10 ⁻³ torr
Max.level of vacuum	10 ⁻⁹ -10 ⁻¹⁰ torr
Dimensions (mm)	118*54*28
Connector, Diameter	ConFlat D13
Supply	5 KV, 10mA
Magnet	Nd
B	0.15Tl

The development of highly efficient vacuum systems made it possible to fabricate an extensive series of cryogenic receivers supplied by subK (0.3-0.05K) cooling systems, where the residual vacuum practically did not limit the cooling possibilities. See figures 7-8. There are dilution subK systems with different precooling with liquid He and commercial 4 K refrigerators [3,4]. Two types have been used Cruomech and Pride manufactured. The temperature is less then 0.1 K and typical picture of its work is demonstrated of figure 9 [3,4].

The dominant components of heat gains were the Joule heat of receivers, heat transfer through the elements of the supporting structure, and radiative heat gain between the internal cooled elements and the outer walls of the cryostat.

These components are determined by the well known formulas and are provided on the basis of certain design and technical solutions to levels that the cryosystem is able to fend off within its cooling capacity.



Figure 7. Dilution subK L3He-4He cryosystem (deep stick).

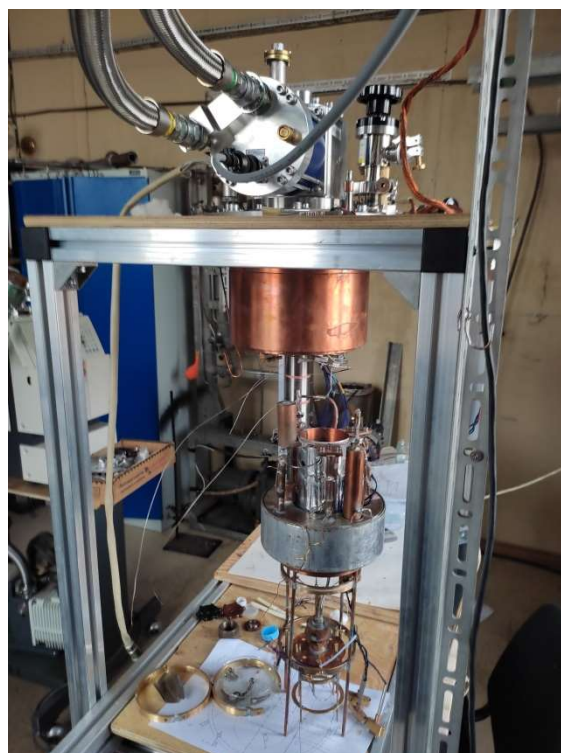


Figure 8. SubK dilution system with 4K precooling refrigerator

Consideration of the problems of conductive and radiative heat gains of structural elements is solved by traditional methods standard for any cryosystems, then the Joule heat gains of cryoelectronic and superconducting cooled components of receivers, as well as the problem of heat gains of electromagnetic (quasi-optical) vacuum interfaces of cryogenic receivers are the subject of a certain know-how.

In particular, the quasi-optical windows through which the signal received by the receiver gets inside the cryostat to the detecting structure is designed from the requirements of a compromise, on the one hand, the minimum transmission of high-energy infrared radiation of the environment with the maximum transmission of the useful sub-THz signal, which lies quite close to the IR region.

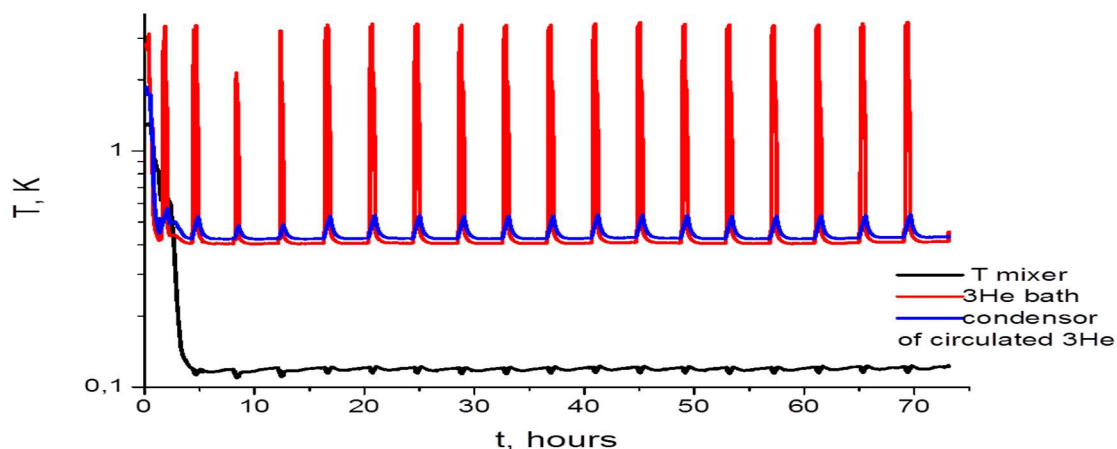


Figure 9. Periodical mode of dilution subK refrigerator with recondensation.

Above, the paper presents approaches to the design of cryo-vacuum systems built on the basis of closed-cycle cryo-refrigerators - gas refrigeration machines with helium working gas. Such machines are extremely convenient for long-term operation in observatories, usually located in remote places, do not require filling with liquid cryoagent, although they have a significant defect, consisting in the presence of vibrations and microphone effects, temperature fluctuations, which can adversely affect the characteristics of the cooled devices. Here, when designing, special measures were applied that dampen both vibrations and temperature fluctuations dozens of times. But the ideal case for high stability requirements is the use of well-known traditional flooded cryostats. The authors have created a series of such systems for various purposes, but the sharp rise in prices and the decrease in the availability of liquid cryogens, especially helium, along with the improvement of refrigerators, make this direction unpromising for astronomy and space missions.

Although the well-known astronomical missions Planck, Herschel, as well as Boomerang and Olympe, which worked in the vicinity of near space, flooded systems were still used in the upper atmosphere. The authors of this report did not develop cryosystems for space, but they developed a series of cryosystems for ground testing of elements of space missions, as well as for communication with deep space objects, incl. the Exo-Mars and Radioastron missions.

As a conclusion, it can be stated that a method for designing cryo-vacuum systems that is effective for astronomy and space missions has been developed. As a result, an extensive series of successfully operating cryostats has been created as part of receivers and research stands last years.

Acknowledgments

The work was supported by the Russian Science Foundation grant No. 23-79-00006.

References

- [1] A 110 GHz Ozone Radiometer with a Cryogenically Cooled Planar Schottky Mixer. O.Koistinen, H.Valmu, A.Raisanen, V.Vdovin, Yu. Drjagin and I.Lapkin. / IEEE trans. on MTT, vol. 41 No 12, Dec. 1993. p. 2232- 2236.
- [2] V.Vdovin. Problems of cryogenical cooling of solid state 0.1-1 TGz Receivers. Radiophysics and Quantum Electronics, Vol. 48, No.10-11, 2005, p.876.
- [3] V. S. Edelman Microcryostats of periodic and continuous action, PTE, 2012, No. 1, p. 154.
- [4] V. S. Edelman, G. V. Yakopov Dilution microcryostat with cooling by a refrigerator with an pulse tube, PTE, 2013, No. 5, p. 129).

Реактивное магнетронное распыление

В И Шаповалов

СПбГЭТУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина), С.-Петербург, Россия

E-mail: vishapovalov@mail.ru

Аннотация. В работе рассмотрено развитие за последние 50 лет подходов к моделированию реактивного распыления. К общим закономерностям процессов осаждения пленок простых соединений металлов (нитридов, оксидов, оксинитридов, карбидов и др.) методами реактивного распыления относятся значительную нелинейность и гистерезис. Начало систематических работ по моделированию относится к 1970-м годам прошлого века. В ранних моделях авторы описывали процессы только на поверхности мишени, используя для этого представление об изотермической хемосорбции. Развитие работ по моделированию привело к появлению общей модели изотермической хемосорбции, которая была дополнена процессами на поверхностях стенки вакуумной камеры и подложки. Эта модель была многократно модифицирована применительно к различным задачам реактивного распыления. На следующем этапе развития моделирования была предложена модель реактивного распыления, основанная на имплантации молекул реактивного газа в мишень, объемной химической реакции, хемосорбции и «knock-on» эффекте. Другое направление развития моделирования представлено неизотермической физико-химической моделью, в которой использовались изотерма Ленгмюра и закон действующих масс. Различные модификации этой модели позволили описать процессы реактивного распыления в более сложных случаях, когда в состав распыляемого блока входит горячая или сэндвич-мишень.

1. Введение

Пленки простых соединений переходных металлов (оксидов, нитридов, карбидов, оксинитридов и пр.) и их твердых растворов вызывают большой интерес во многих областях техники. Для осаждения этих пленок широко используют методы, объединенные термином «реактивное распыление» [1], [2], который, по мнению автора [2], впервые появился в работе [3]. Обозначим здесь металл, реактивный газ и их соединение со стехиометрическими коэффициентами m и n через M , X_2 и M_mX_n , соответственно.

В ранних экспериментальных работах было обнаружено влияние концентрации реактивного газа в газовой смеси или его парциального давления на скорость роста пленки, напряжение разряда и состав пленки [5], [6]. Кроме этого при осаждении пленок оксидов и нитридов было обнаружено нелинейные эффекты [7]–[9].

В более поздних работах было установлено, что парциальное давление реактивного газа не является независимой переменной. Оно отражает только состояние процесса реактивного распыления при заданных значениях других параметров, которые можно было изменять независимо. Основными среди них служили входной поток реактивного газа Q_0 (поток, вводимый в вакуумную камеру) и ток разряда I (или мощность, выделяемая на мишени). В исследованиях при $I = \text{const}$ и $Q_0 = \text{var}$ при определенных значениях Q_0 наблюдали лавинообразное изменение парциального давления реактивного газа [7]. Аналогичный эффект наблюдали при $Q_0 = \text{const}$ и $I = \text{var}$ [10]. Они были отнесены к переходам между металлическим и реактивным стационарными режимами работы мишени [11]. В первом из них поверхность мишени свободна от продуктов реакции в виде пленки соединения M_mX_n . Во втором она полностью покрыта этой пленкой. В большом числе экспериментов при изменении Q_0 или тока разряда (мощности) обнаружен эффект гистерезиса [12]–[14].

Таким образом, многочисленные эксперименты показали, во-первых, что основными независимыми переменными процесса реактивного распыления служат поток реактивного газа Q_0 и ток разряда I (мощность, выделяемая на мишени). Во-вторых, зависимости парциального давления реактивного газа от величины Q_0 или I являются существенно нелинейными и содержат участки с отрицательной производной.

Обнаруженные особенности реактивного распыления затрудняли выбор режима осаждения пленок особенно на начальной стадии разработки технологии. Для более детального изучения процессов реактивного распыления многие специалисты работали над созданием их моделей. Исходя из анализа многочисленных публикаций на обсуждаемую тему, можно выделить три группы подходов к моделированию, которые коротко будут освещены далее.

2. Изотермические модели, основанные на хемосорбции

Все разнообразие известных моделей процесса реактивного распыления основано фактически на двух допущениях:

- на поверхности мишени конкурируют два процесса: формирование тонкого слоя соединения металла с реактивным газом и распыление этого слоя ускоренными ионами аргона;
- на подложке и стенках вакуумной камеры происходит осаждение распыленного материала мишени и хемосорбция молекул реактивного газа.

Физическую модель процессов на поверхности мишени впервые обсуждали в работе 1973 года [8]. В работах 1975 года [9] уже появились кинетические уравнения для мишени, основанные на хемосорбции.

В ранних работах [9], [10], [13] при построении модели реактивного распыления в качестве независимой переменной принимали парциальное давление p реактивного газа и учитывали только процессы, протекающие на мишени без учета ее температуры. Главным объединяющим элементом всех отмеченных публикаций служило кинетическое уравнение для поверхности мишени.

Дальнейшее развитие моделирования реактивного распыления выполнено в серии работ с 1987 по 1995 год (например, [14]–[16]). В них авторы наиболее последовательно развивали модель, которую мы назовем общей, в отличие от частных более ранних моделей.

Модель, которую авторы описали в работе [15], в дальнейшем получила название модель Берга. Не будем нарушать традиции, принятые в научном мире. Действительно, следует признать, что коллектив профессора С. Берга (университет г. Упсала, Швеция) в течение последних тридцати пяти лет много работал над развитием модели реактивного распыления и опубликовал не один десяток статей на эту тему.

В первой работе 1987 года [15] авторы предложили модель для самого простого случая, когда распыляют металлическую мишень в смеси $Ar + X_2$. Описывая эту модель, авторы предложили ряд основных ограничений:

- 1) процесс распыления происходит при изотермических условиях, при которых мишень и стенка имеют одинаковую температуру T , равную температуре газовой среды;
- 2) на поверхности мишени конкурируют: образование соединения M_mX_n за счет хемосорбции молекул реактивного газа при потоке J_{X_2} , который задает формула Герца-Кнудсена, и распыление соединения M_mX_n ионами аргона;
- 3) распыление с поверхности мишени соединения M_mX_n происходит в виде молекул;
- 4) процесс имеет две независимые переменные: плотность тока разряда j и входной поток реактивного газа Q_0 .

Представленная в пп. 1-6 физическая модель была описана системой из шести алгебраических уравнений. Рассмотрим их более подробно, поскольку во всех последующих публикациях этих авторов и в других разработках логика вывода системы уравнений оставалась неизменной. Система уравнений во всех случаях содержит две группы. Одна из них описывает кинетику

процессов на всех поверхностях внутри вакуумной камеры. В модели из работы [15] таких уравнений было два (для поверхностей мишени и стенки). Для поверхности мишени:

$$\frac{d\theta_t}{dt} = \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{chem}} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{sp}}, \quad (1)$$

где символы «chem» и «sp» означают *хемосорбция* и *распыление*, соответственно. Кроме этого

$$\left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{chem}} = 2\alpha J_{X_2} (1 - \theta_t) \quad \text{and} \quad \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{sp}} = \left(\frac{j}{e}\right) S_C \theta_t, \quad (2)$$

Для стационарного состояния уравнение (1) с учетом (2) принимает вид

$$2\alpha J_{X_2} (1 - \theta_t) - \left(\frac{j}{e}\right) S_C \theta_t = 0, \quad (3)$$

Для поверхности стенки, где отсутствует распыление кинетическое уравнение имеет вид:

$$\frac{d\theta_w}{dt} = \left(\frac{d\theta_w}{dt}\right)_{\text{chem}} + \left(\frac{d\theta_w}{dt}\right)_{\text{spC}} - \left(\frac{d\theta_w}{dt}\right)_{\text{spM}}, \quad (4)$$

где слагаемое $(d\theta_w/dt)_{\text{chem}}$ описывает увеличение доли поверхности стенки θ_w , покрытой пленкой соединения, возникшей вследствие хемосорбции; $(d\theta_w/dt)_{\text{spC}}$ описывает увеличение θ_w за счет потока молекул $M_m X_n$, распыленных с поверхности мишени и падающих на часть стенки, покрытой металлом; $(d\theta_w/dt)_{\text{spM}}$ описывает уменьшение θ_w за счет потока атомов M , распыленных с поверхности мишени и падающих на часть стенки, покрытой соединением $M_m X_n$.

Для стационарного состояния процесса распыления уравнение (4), записанное с учетом всех деталей, принимает вид

$$2\alpha J_{X_2} (1 - \theta_w) + \left(\frac{j}{e}\right) S_C \theta_t \left(\frac{A_t}{A_w}\right) (1 - \theta_w) - \left(\frac{j}{e}\right) S_M (1 - \theta_t) \left(\frac{A_t}{A_w}\right) \theta_w = 0, \quad (5)$$

Вторая группа уравнений в системе описывает потоки реактивного газа в вакуумной камере. Для простейшей модели из [15] в дополнение к (3) и (5) три уравнения задают потоки реактивного газа. Два из них с подстрочными индексами для поверхностей мишени $i = t$ и для стенки $i = w$:

$$Q_i = \alpha J_{X_2} (1 - \theta_i) A_i, \quad (6)$$

где θ_i – степень покрытия соединением i -й поверхности. В результате возникло уравнение баланса:

$$Q_0 = Q_t + Q_w + Q_p, \quad (7)$$

где часть газа Q_p со скоростью S_p откачивает вакуумный насос:

$$Q_p = p S_p, \quad (8)$$

Численное решение системы уравнений (3), (5), (6) при $i = t$ и w , (7), (8) позволило авторам [15] определить зависимости $p = f(Q_0)$ при $j = \text{const}$.

В последующих работах этих и других авторов до 2009 года [16], [17] начальную изотермическую хемосорбционную модель применяли для описания процессов осаждения пленок различных соединений. Кроме этого она получила развитие для более сложных случаев распыления двух мишеней в смеси $Ag + X_2$ и одной мишени в смеси Ag с двумя реактивными газами.

Начальная изотермическая хемосорбционная модель Берга была эффективным шагом вперед. Ее аналитическое описание позволило оценить связи между параметрами процесса и показало возможность гистерезисного эффекта.

Однако, как отмечено в [18], в ней использованы очень грубые предположения. Действительно, осажденная пленка по своим физическим свойствам представляет собой химическое соединение, которое формируется на подложке главным образом за счет плазмохимической реакции, протекающей на мишени. Замена реакции механизмом

хемосорбции следует признать очень сильным упрощением. Другим не менее сильным упрощением является допущение о равенстве температур всех поверхностей. Отказ от этих допущений может повысить адекватность модели Берга, но возможно и иное совершенствование модели реактивного распыления.

Впервые профессор С. Берг с сотрудниками в работе [19] предложил ввести в модель допущение о значимом влиянии на реактивное распыление имплантации ионов реактивного газа в приповерхностный слой мишени. В [20] обновленная модель Берга описана наиболее подробно. Распыление мишени ионами X_2^+ пренебрежимо мало.

Доступность при изучении, простота использования обеспечили в последние двадцать лет модели Берга многосторонний интерес.

3. Изотермическая модель Депла

Обратим внимание читателей на работы профессора Д. Депла с сотрудниками. Этот коллектив в течение последних двадцати лет активно занимался реактивным распылением и его моделированием. По интенсивности публикаций в этой области коллективу из университета г. Гент, Бельгия можно уверенно отдать второе место после коллектива профессора С. Берга. Различные аспекты моделирования реактивного распыления изложены членами этого коллектива в большом количестве публикациях с 2001 по 2022 годы (например, [18], [21]–[23]). Рассмотрим основные среди них.

В работе [21] приведены сведения о влиянии входного потока кислорода на изменение напряжения на алюминиевой мишени, распыляемой в смеси $Ar + O_2$. В этой статье авторы фактически впервые высказали гипотезу о том, что с помощью только хемосорбции нельзя объяснить модификацию поверхности мишени. Наблюдаемые изменения напряжения разряда, по их мнению, могут быть дополнительно инициированы химической реакцией окисления мишени в приповерхностных слоях имплантированными атомами кислорода. Имплантацию и подповерхностную объемную реакцию можно рассматривать как наиболее важное расширение начальной модели Берга. Его включение в модель реактивного распыления привело к появлению первоначальной модели, которая в [22] получила название RSD (Reactive Sputtering Deposition).

В [84] и [85] авторы сделали первые шаги в разработке новой модели. В [84] показано влияние на процесс только имплантированных атомов, которые вступают в химическое взаимодействие с атомами мишени. По существу, модель RSD можно выразить кинетическим уравнением

$$\frac{d\theta_t}{dt} = \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{chem}} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{impl}} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{sput}} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{kn}}, \quad (9)$$

где $(d\theta_t/dt)_{\text{impl}}$ – скорость роста пленки соединения M_mX_n за счет ионной имплантации; $(d\theta_t/dt)_{\text{kn}}$ – скорость удаления атомов реактивного газа за счет knock-on эффекта. Хотя в явном виде в работах Депла уравнение (9) не написано. Первая попытка записи такого уравнения была сделана в [84] в виде

$$n_0 \frac{d\theta_{\text{тс}}}{dt} = \frac{1}{n} \alpha_{\text{тс}} (1 - \theta_{\text{тс}}) \frac{dn(0, t)}{dt}, \quad (10)$$

где n_0 – плотность материала мишени; n – количество атомов газа в соединении; $\alpha_{\text{тс}}$ – вероятность химической реакции между имплантированными атомами X и мишени M; $\theta_{\text{тс}}$ – степень покрытия поверхности соединением M_mX_n ; $n(0, t)$ – поверхностная концентрация имплантированных атомов. Уравнение (10) описывает модель процесса распыления, основанную только на имплантации в мишень ионов X_2^+ . В (10) нет необходимости учитывать распыление соединения ионами аргона. Действительно, $d\theta_{\text{тс}}/dt$ представляет собой эффективную скорость образования соединения, поскольку при расчете dn/dt учитывался эффект распыления. В (10) химическая реакция задана в простейшей форме, которая не учитывает закон действующих масс и уравнение Аррениуса. Она задана с помощью коэффициента $\alpha_{\text{тс}}$. В последующих работах авторы усложнили эту часть модели.

В последующем [85] в модель, учитывающую только ионную имплантацию, был добавлен механизм хемосорбции из начальной модели Берга. Таким образом в модели возникли объемный и поверхностный механизмы формирования $M_m X_n$, что может быть выражено уравнением:

$$\frac{d\theta_t}{dt} = \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{chem}} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{impl}} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{\text{sput}}, \quad (11)$$

В последующих публикациях с 2008 по 2022 год Д. Делла с сотрудниками сообщали о развитии первоначальной RSD модели и совершенствовании вычислительных процедур для решения задач моделирования реактивного распыления.

Напомним, что основным доказательством корректности применения механизма имплантации в модели Делла, приняты результаты исследования в работе [108]. С нашей точки зрения физическая причина результата, приведенного в этой публикации могла быть иной. Это могло быть связано, во-первых, с полимолекулярной адсорбцией [109]. Во-вторых, причиной могла стать диффузия атомов реактивного газа в объем мишени. Значимость второго процесса можно ожидать достаточно высокой, поскольку при толщине мишени 5-6 мм температура в области, подвергнутой воздействию мощного потока ионов может достичь 700–900 °С.

Более детальный анализ имплантации атомов X в мишень, выполненный нами с помощью программы SRIM, показал, что результаты, представленные авторами RSD модели, не дают возможности оценить состояние мишени. Главное, на первый взгляд, состоит в неясности, как использовать полученный результат для моделирования, поскольку он не дает информации об основной функции процесса реактивного распыления $p = f(Q_0)$, принятой ранее в [35], [36] и многих других публикациях.

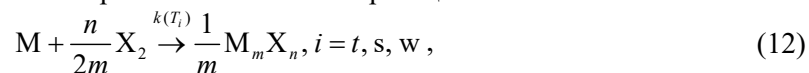
4. Незотермическая физико-химическая модель Барыбина

Последние двадцать лет в Санкт-Петербургском электротехническом университете «ЛЭТИ», наша группа проводит исследования пленок оксидов, нитридов и оксинитридов переходных металлов, осажденных методами реактивного магнетронного распыления. Изучение процессов, протекающих при осаждении пленок с помощью этих инструментов, неминуемо привело к моделированию В развитие основных допущений модели Берга, изложенных ранее, нами было предложено приблизить модель к реальности. Во-первых, хемосорбция была заменена химической реакцией, во-вторых, было снято ограничение на температуры поверхностей внутри вакуумной камеры. Модель получила название «незотермическая физико-химическая» или модель Барыбина по фамилии руководителя группы в первом десятилетии XXI века.

Первая модель была разработана для изучения процесса реактивного распыления одиночной холодной мишени в смеси $Ag + X_2$ [26]. В ней были приняты следующие основные допущения:

1. При синтезе пленки температуры поверхностей мишени, подложки и стенки вакуумной камеры T_t , T_s и T_w (или T_i , $i = t, s, w$) различны, а температура газовой среды T_0 равна температуре стенки T_w .

2. На каждой поверхностях может протекать химическая реакция:



Поверхностная реакция (12) протекает между адсорбированными молекулами реактивного газа X_2 и металлом на участках поверхности мишени, свободных от $M_m X_n$. В (12) величина $k(T_i)$ представляет собой константу скорости реакций по Аррениусу, которая имеет размерность плотности потока:

$$k(T_i) = k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{kT_i}\right), \quad (13)$$

где k_0 , и E_a – постоянная и энергия активации реакции, соответственно.

В остальном модель соответствует допущениям, принятым в [15]. Следуя работе [15], составим систему алгебраических уравнений, описывающих кинетику процессов, протекающих на всех поверхностях, и газовые потоки внутри вакуумной камеры.

Кинетическое уравнение для поверхности мишени по аналогии с (1) приобретает такой вид:

$$\frac{d\theta_t}{dt} = \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{ch} + \left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{sp}, \quad (14)$$

Но в отличие от (2) первое слагаемое в (14), описывает формирование пленки M_mX_n за счет поверхностной химической реакции (12). В соответствии с законом действующих масс скорость реакции зададим выражением

$$\left(\frac{d\theta_t}{dt}\right)_{ch} = \frac{1}{N_{ch}} k(T_t) \theta_{0t}^{n/2m} (1 - \theta_t), \quad (15)$$

где N_{ch} – концентрация центров химической реакции на поверхности мишени; θ_{0t} – часть поверхности мишени, покрытая адсорбированными молекулами газа. Физическую адсорбцию в (15) описывает изотерма Ленгмюра. С учетом второго уравнения в (2), уравнение стационарного состояния поверхности мишени было записано в виде

$$k(T_t) \theta_{0t}^{n/2m} (1 - \theta_t) = \left(\frac{j}{e}\right) S_c \theta_t, \quad (16)$$

С учетом (5) кинетические уравнения стационарного состояния поверхностей стенки и подложки были выражены в виде

$$\begin{aligned} k(T_i) \theta_{0i}^{n/2m} (1 - \theta_i) + \left(\frac{j}{e}\right) \frac{A_t}{A_w + A_s} S_c \theta_i (1 - \theta_i) = \\ = \left(\frac{j}{e}\right) \frac{A_t}{A_w + A_s} \frac{S_M}{m} (1 - \theta_i) \theta_i \end{aligned}, \quad i = w, s. \quad (17)$$

В (17) величину θ_{0i} задает изотерма Ленгмюра с заменой T_t на T_i , $i = w, s$.

Газовые потоки, поддерживающие химическую реакцию на всех поверхностях, были описаны выражением

$$Q_i = \frac{n}{2} c^0 k(T_i) \theta_{0i}^{n/2m} (1 - \theta_i) A_i, \quad i = t, w, s, \quad (18)$$

где размерный коэффициент $c^0 = 2.436 \times 10^{-18}$, $(\text{см}^3 \times \text{с})/\text{мин}$, с помощью которого поток газа пересчитывается из числа частиц в секунду в кубический сантиметр в минуту стандартный для технологических задач. Замыкают систему уравнение баланса газовых потоков

$$Q_0 = Q_t + Q_s + Q_w + Q_p, \quad (19)$$

и откачки:

$$Q_p = c p S_p, \quad (20)$$

где S_p – скорость откачки камеры ($\text{м}^3/\text{с}$); $c = 600$, $(\text{с} \times \text{см}^3)/(\text{Па} \times \text{м}^3 \times \text{мин})$ – размерный коэффициент, переводящий паскаль на кубический метр в секунду в кубический сантиметр в минуту при стандартных условиях.

Систему из восьми алгебраических уравнений (16)–(20) относительно функции $p = f(Q_0, j)$ следует решать численно, определяя одномерные зависимости $p = f(Q_0)$ при $j = \text{const}$ или $p = f(j)$ при $Q_0 = \text{const}$. Модель позволяет оценивать влияние независимых переменных и на величины θ_t , θ_w , θ_s , Q_t , Q_w , Q_s и Q_p . Прямое измерение этих переменных невозможно. Предложенная модель была использована для моделирования реактивного распыления танталовой мишени [26], где показано, что на качественном уровне неизотермическая физико-химическая модель реактивного распыления Барыбина может адекватно описывать экспериментальные результаты по распылению одиночной холодной мишени в среде одного реактивного газа.

В последующем с 2008 по 2023 год были предложены модели более сложных процессов [27]–[33]. В частности, публикации 2023 года были посвящены моделированию реактивного распыления сэндвич мишени и обзору статей о моделировании реактивного распыления.

В последние годы повышенное внимание среди специалистов приобрел магнетрон с горячей мишенью. Особенность этого устройства состоит в том, что его мишень может быть разогрета до плавления. В нагретом состоянии мишень становится источником термоэлектронов и испаренных частиц. Эти два потока изменяют условия реактивного распыления, поэтому должны быть учтены в физической модели процесса.

Предложенную физико-химическую модель реактивного распыления горячей мишени описывала система из восьми алгебраических уравнений. Три из них задают стационарное состояние поверхностей мишени, подложки и стенки. Остальные пять – потоки реактивного газа в вакуумной камере. Для примера эта система была использована при моделировании реактивного распыления горячей титановой мишенью в смеси $Ar + N_2$ [31].

Распыляемый блок магнетрона, содержащий на одной оси несколько металлических пластин с прорезями, назван нами «сэндвич мишень». Развитие модели Барыбина для самой простой сэндвич мишени с двумя пластинами описано в работе [32]. Особенность этой мишени состоит в том, что она содержит две пластины. Внутренняя, охлаждаемая проточной водой, работает в холодном режиме, внешняя – в горячем.

Предложенную физико-химическую модель реактивного распыления сэндвич мишени описывает система из четырнадцати алгебраических уравнений. Шесть из них задают стационарное состояние поверхностей двух пластин мишени, подложки и стенки. Остальные восемь – потоки реактивного газа в вакуумной камере.

Завершая обзор работ, посвященных моделированию реактивного распыления, основанном на химических реакциях, протекающих в неизотермических условиях, отметим основное в этом классе моделей. Начнем с недостатка. Математическое описание модели усложнено для применения наличием трех неизвестных параметров в описании кинетики химической реакции. И, если значение коэффициента адсорбции может быть принято равным единице, то параметры константы химической реакции могут быть определены только по экспериментальным результатам путем решения оптимизационной задачи.

Положительной чертой неизотермической физико-химической модели является более корректное описание процесса реактивного распыления и, как следствие, адекватность модели, которая не требует привлечения в нее дополнительных механизмов, протекающих на поверхности мишени.

5. Заключение

Изучение статей, опубликованных за истекшие 50 лет о реактивном распылении и моделировании этого процесса, позволило выявить основные этапы и направления развития исследований.

В ранних экспериментальных работах было обнаружено значительное влияние концентрации реактивного газа в газовой смеси или его парциального давления на скорость роста пленки, напряжение разряда и состав пленки. Кроме этого были обнаружены нелинейные эффекты и установлено, что при увеличении парциального давления реактивного газа существует критическое значение. При этом значении в процессе распыления наблюдали скачкообразное изменение скорости осаждения пленки в некоторых случаях на порядок.

Наиболее последовательное развитие частные модели, основанные на хемосорбции, получили в работах профессора С. Берга с сотрудниками. Эти модели со временем получили название модель Берга, а в данной работе названы общими.

Вторая группа моделей была предложена коллективом профессора Д. Делла Новая модель реактивного распыления, названная моделью RSD, была представлена поэтапно. В последующем усилия авторов были направлены на совершенствование вычислительных процедур для решения задач моделирования реактивного распыления. Так появились модели RSD2009, RSD2013 и др.

И, наконец к третьей группе были отнесены модели, которые развивает наша научная группа. Эти модели отличаются от всех предыдущих тем, что в них хемосорбция заменена поверхностной химической реакцией и были сняты ограничения на температуры поверхностей внутри вакуумной камеры. Модель получила название «неизотермическая физико-химическая» или модель Барыбина. Химическая реакция в ней была представлена с помощью изотермы мономолекулярной адсорбции Ленгмюра и закона действующих масс. В последующих работах модель Барыбина получила развитие для описания более сложных процессов распыления в среде, содержащей два реактивных газа, распыление одиночной горячей и сэндвич мишени.

Завершая статью, выражаю надежду, что моделирование реактивного распыления далеко не завершено. Существуют сложные процессы, в которых участвуют более двух магнетронов. Распыляемый узел сэндвич мишени может содержать более двух пластин с вариациями их химического состава. Горячая мишень магнетрона может работать в жидком состоянии.

Список литературы

- [1] Holland L, Siddall G 1953 *Vacuum*. **3** 375–391.
- [2] Veszi G A, 1953 *J. British Inst. Radio Eng.* **13** 183–189.
- [3] Reith T M, Ficalora P J 1983 *J. Vac. Sci. Technol. A: Vac. Sur. Films*. **1** 1362–1369.
- [4] Ohsaki H, Tachibana Y, Shimizu J, Oyama T 1996 *Thin Solid Films*. **281-282** 213–217.
- [5] Glew M R L, Vollmer A, Schroeder S L M, Barber Z H 2002 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **35** 2643–2647.
- [6] Kusano E, Kusano E, Baba S, Kinbara A 1992 *Vac. Sci. Technol. A*. **10** 1696–1700.
- [7] Heller J 1973 *Thin Solid Films*. **17** 163–176.
- [8] Shinoki F, Itoh A J 1975 *Appl. Phys.* **6** 3381-3384.
- [9] Hohnke D K, Schmatz D J, Hurley M D 1984 *Thin Solid Films*. **118** 301–310.
- [10] Schiller S 1984 *Thin Solid Films*. **111** 259–268.
- [11] Kusano E 1991 *J. Appl. Phys.* **70** 7089–7096.
- [12] Maniv S, Westwood W D 1980 *Surf. Sci.* **100** 108–118.
- [13] Berg S, Larsson T, Blom H 1986 *J. Vac. Sci. Technol. A*. **4** 594–597.
- [14] Berg S, Blom H, Larsson T, Nender C 1987 *J. Vac. Sci. Technol.* **5** 202–207.
- [15] Moradi M, Nender C, Berg S, Blom H, Belkind A, Orban Z 1991 *J. Vac. Sci. Technol. A*. **9** 619–624.
- [16] Severin D, Kappertz O, Nyberg T, Berg S, Pflug A, Wuttig M 2009 *J. Appl. Phys.* **105** 093302.
- [17] Strijckmans K, Schelfhout R, Depla D 2018 *J. Appl. Phys.* **124** 241101.
- [18] Rosén D, Katardjiev I, Berg S, Möller W 2005 *Nuclear Instr. Meth. Phys. Res. Secti. B: Beam Inter. Mater. Atoms.* **228** 193–197.
- [19] Berg S, Särhammar E, Nyberg T 2014 *Thin Solid Films*. **565** 186–192.
- [20] Depla D, Gryse R D 2001 *Plasma Sources Sci. Technol.* **10** 547–555.
- [21] Depla D, De Gryse R 2004 *Surf. Coat. Technol.* **183** 190-195.
- [22] Bogaerts A, Bultinck E, Kolev I, Schwaederlé L, Van Aeken K, Buyle G, Depla D 2009 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42** 194018.
- [23] Van Bever J, Strijckmans K, Depla D 2022 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **55** 355302.
- [24] Güttler D, Abendroth B, Grötzschel R, Möller W, Depla D 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 6134–6136.
- [25] Barybin A A, Shapovalov V I 2007 *J. Appl. Phys.* **101** 054905.
- [26] Barybin A A, Zavalov A V, Shapovalov V I 2012 *Glass Phys. Chem.* **38** 396–401.
- [27] Shapovalov V I Smirnov V V 2017 *J. Phys.: Confer. Series*. **857** 012039.
- [28] Goncharov A O, Minzhulina E A, Shapovalov V I 2018 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **387** 012020.
- [29] Shapovalov V I, Karzin V V, Bondarenko A S 2017 *Phys. Lett. A*. **381** 472–5.
- [30] Shapovalov V I 2019 *Techn. Phys.* **64** 926–32.
- [31] Shapovalov V I 2023 *J. Appl. Phys.* **133** 085301.
- [32] Shapovalov V I 2023 *Materials*, **16** 3258.

Система вакуумной откачки установки ПЕРСТ для отработки безэлектродных плазменных ракетных двигателей

Н П Бобырь¹, А С Анциферова^{1,2}, Н В Павлушин³

¹НИЦ «Курчатовский институт», Москва

²МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва

³ООО ЭРСТВАК, Москва

E-mail: Bobyr_NP@nrcki.ru

Аннотация. В данной работе приведены результаты расчета системы вакуумной откачки стенда-имитатора космоса ПЕРСТ, предложены технические решения в части организации вакуумной системы, проведен анализ возможных режимов работы и нагрузок на систему вакуумной откачки установки.

1. Введение

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» в рамках Федерального проекта «Разработка технологий управляемого термоядерного синтеза и инновационных плазменных технологий» создается установка ПЕРСТ. Целью создания установки является формирование современной научно-исследовательской и испытательной базы для отработки и исследования прототипов нового в России типа электрического ракетного двигателя (ЭРД) – безэлектродного плазменного ракетного двигателя (БПРД). Данный тип ЭРД отличается высокими мощностью и расходом рабочего газа. Для проведения научных исследований физических процессов при истечении плазмы из магнитного сопла и корректного измерения параметров плазмы на выходе из сопла двигателя, необходимо, чтобы длина свободного пробега ионов была достаточно большой, чтобы на расстоянии, где располагается диагностическое оборудование, не учитывать процессы рекомбинации на остаточном газе. Это обстоятельство накладывает ограничения на возможное давление в вакуумной камере в процессе проведения исследований/испытаний.

В общем виде установка (стенд) ПЕРСТ представляет собой имитатор космоса, т.е. вакуумную камеру (ВК) с системами откачки, терморегулирования, измерительной и диагностической аппаратурой и другими вспомогательными системами.

В работе обсуждается значение минимальной скорости откачки вакуумной камеры для возможности измерения параметров плазмы высокой плотности. Рассмотрены требования к откачной системе при различных значениях расхода рабочего газа и различных режимах работы БПРД – со стационарной подачей и импульсной. Построены кривые откачки вакуумной камеры до предельного остаточного давления при использовании различных откачных систем.

2. Основные параметры установки ПЕРСТ

В общем виде стенд представляет из себя цилиндрическую вакуумную камеру, разделенную на 2 герметичных отсека – двигательный отсек, в котором устанавливается БПРД, и рабочий отсек, в который истекает плазменная струя. В нем же располагается измерительное оборудование. Оба отсека герметично уплотняются и откачиваются до высокого вакуума (рисунок 1). Внутренний диаметр ВК составляет 5 м. Длина двигательного отсека составляет около 5 м, объем 80 м³. Второй отсек – основной, имеет длину около 15 м, объем его составляет 312 м³.

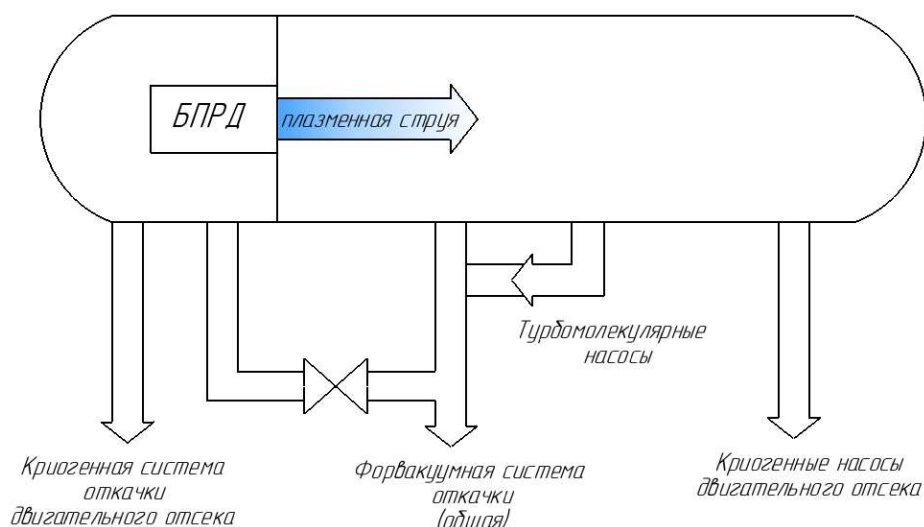


Рисунок 3. Принципиальная схема испытательного стенда ПЕРСТ.

Концептуальная конструкция вакуумной камеры представляет собой сварной двустенный цилиндр из нержавеющей стали, в пространстве между стенками которого циркулирует вода, для соблюдения необходимого теплового режима стенда. Изображение концептуальной модели испытательного стенда ПЕРСТ выполненное ООО ЭРСТВАК представлено на рисунке 2.

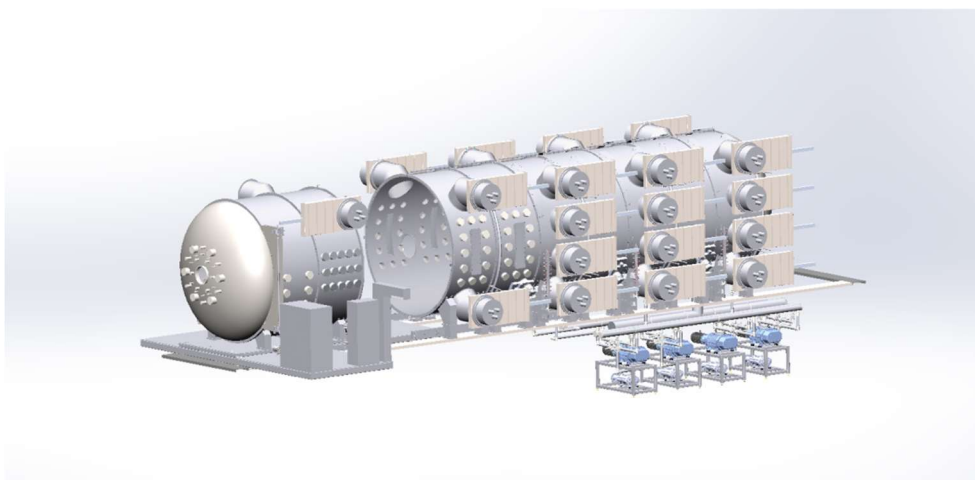


Рисунок 4. Модель испытательного стенда ПЕРСТ.

На поверхности вакуумной камеры располагаются входные фланцы насосов откачной системы и диагностического оборудования. При расчетах учитывались площади крупных фланцев, предусмотренные в ВК для установки криогенных насосов. Стоит отметить, что другие фланцы, порты для подключения измерительных приборов, вакуумные окна, двери и др. не были учтены. Температура вакуумной камеры в рабочем режиме была принята равной 30 °С.

Требуемое предельное остаточное давление в камере было принято равным 10^{-6} Па. В расчетах учитывались потоки десорбции газа со стенок ВК, потоки газовыделения из конструкционных материалов и потоки в рабочем режиме из плазмы разряда. Течи, вызванные не идеальной герметичностью уплотнений и дефектами конструкции ВК не были учтены.

3. Состав системы вакуумной откачки

Можно выделить три основных режима работы системы вакуумной откачки (СВО):

1. Форвакуумная откачка – откачка от атмосферного давления, механическими насосами для создания предварительного разряжения;
2. Высоковакуумная откачка до предельного остаточного давления в вакуумной камере;
3. Рабочий режим – поддержание вакуума при истечении в рабочий отсек ВК плазменного потока БПРД.

Для данного испытательного стенда предъявляются жесткие требования по «чистоте» газовой среды, что исключает использование насосов, содержащих фоновые углеводородные примеси – масляные средства откачки.

В таблице 1 представлена информация о моделях насосов, серийно выпускаемых промышленностью, предполагаемых к использованию в СВО.

Таблица 1. Параметры насосов.

Тип насоса	Название модели	Диапазон работы, Па	Страна производитель	Номинальная скорость откачки, м ³ /с		Входной фланец, мм
				Воздух	Аргон	
Винтовой	KDPH 1000	10 ⁵ ...2,7	Корея	0,25	н/д	100
Рутса	ERVVP	2·10 ³ ...3·10 ⁻²	Китай	1,2	н/д	250
ТМН	CXF-320/3001	1...5·10 ⁻⁷	Китай	3,2	н/д	320
Криогенный	HPG3-90U	до 10 ⁻⁷	Корея	34	42	900

Скорости откачки насосов в разных диапазонах давления были определены, исходя из рабочих характеристик подобранных насосов. При расчетах откачки ВК криогенными насосами проводимости шиберов и «вакуумных ловушек» принимались приближительными, а скорость откачки неизменной по времени. На данном этапе расчета в качестве оценки были подобраны минимальные длины трубопроводов и их максимальные (в соответствии с размерами выходных фланцев подобранных моделей насосов) диаметры для достижения наибольшей проводимости вакуумной магистрали.

Одной из целей данной работы было определение необходимого количества вакуумных насосов, способных обеспечить требуемое давление во всех режимах работы БПРД. Для этого расчет времени достижения и значения предельного остаточного давления производился для следующих вариаций состава СВО (таблица 2).

Таблица 2. Рассматриваемые вариации состава СВО.

Вариант	Тип насоса	Двигательный отсек	Основной отсек
		Кол-во, шт	
1	Винтовой	4	
	Рутса	4	
	Турбомолекулярный	8	
	Криогенный	2	15
2	Винтовой	4	
	Рутса	4	

	Турбомолекулярный	8	
	Криогенный	1	7

Таким образом, в данной работе был проведен расчет высоковакуумной откачки рабочего отсека 2 крионасосами, а основного отсека - 15 криогенными насосами. Также была рассчитана случай откачки двигательного отсека одним крионасосом и основного отсека – 7 крионасосами.

В работе использовались классические методы и подходы для расчета вакуумных систем установок [1-4].

4. Результаты расчетов

4.1. Откачка воздуха из ВК

Для обоснования выбора количества насосов первоначально был проведен расчет времени откачки обоих отсеков вакуумной камеры при двух вариантах количества криогенных насосов – 2 и 1 насос для двигательного отсека и 15 и 7 штук для большого рабочего отсека (таблица 3).

Таблица 3. Данные о времени вакуумной откачки от 10^5 Па.

Секции ВК	Объем секции, м ³	Количество крио-насосов	Время, ч	Остаточное давление, Па			
				10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}
1	312	15		0,9	2,5	5,9	9,2
		7		0,9	3,6	6,9	10,3
2	80	2		0,08	3,1	6,5	9,9
		1		0,6	3,9	7,3	10,1

Таким образом, видно, что при сокращении количества крионасосов время откачки обоих отсеков ВК изменяется не более чем на 10 %.

При определении остаточного давления в рабочем отсеке ВК учитывались потоки газов со стенок ВК и газовыделение из уплотнений. Было определено что предельное остаточное давление в основной камере через 10 часов после начала откачки составит $6,2 \cdot 10^{-7}$ Па в случае использования 15 крионасосов и $1,3 \cdot 10^{-6}$ Па при 7 крионасосах. Так же проведенный расчет показал, что влияние турбомолекулярных насосов при совместной работе с криогенными на предельный вакуум минимально и составляет не более чем 5% или в абсолютном значении $1 \cdot 10^{-7}$ Па для 10 часов откачки. Стоит отметить, что во всех случаях через 15 часов откачки ВК, потоки натекания в ВК и поток откачки выравниваются, и достигается давление близкое к остаточному.

4.2 Откачка аргона из ВК

Было рассчитано значение динамического вакуума, устанавливающегося при истекании из сопла двигателя рабочего тела (Ar, при температуре 300 К).

Стоит отметить, что проводимости трубопроводов, а также скорость откачки криогенными насосами зависит от рода газа. Предыдущие расчеты проводились для откачки воздуха, но при испытании двигателя, в ВК будет поступать и затем из неё откачиваться аргон.

Было рассмотрено 2 значения массового расхода аргона и непрерывного режима его подачи. Принималось, что испытания двигателя (включение подачи рабочего тела) начинается при установившемся давлении в камере $p_0 = 10^{-6}$ Па (таблица 4). На основании полученных данных были проведены оценки длины свободного пробега иона аргона – расстояние, на котором ион испытает столкновение. От этого параметра зависит возможность корректного проведения исследований и оценки параметров плазмы двигателя.

Таблица 4. Значение длины свободного пробега.

Потоки в ВК		Кол-во крио-насосов	Остаточное давление, Па	Длина свободного пробега, м
$\dot{m} = 0,1$ г/с	const	15	$1,6 \cdot 10^{-2}$	0,43
		7	$3,4 \cdot 10^{-2}$	0,204
$\dot{m} = 0,01$ г/с	const	15	$1,6 \cdot 10^{-3}$	4,3
		7	$3,4 \cdot 10^{-3}$	2,04

Расчет показал, что увеличение количества крионасосов пропорционально снижает давление в вакуумной камере, а следовательно и длину свободного пробега иона. При максимальном расходе рабочего тела 7 крионасосов оказывается недостаточно для обеспечения достаточной длины пробега иона для проведения исследований всеми доступными диагностиками.

5. Выводы

Проведён расчёт СВО испытательного стенда ПЕРСТ для исследования плазменных процессов в сопле БПРД. Обозначены основные источники потоков газа в вакуумную камеру и определены значения данных газовых потоков. Рассмотрены и рассчитаны два варианта исполнения системы вакуумной откачки с различным количеством крионасосов.

Увеличение числа криогенных насосов не приводит к существенному увеличению скорости откачки атмосферы из ВК. Однако, при поступлении в ВК большого потока газа из плазмы разряда БПРД требования к производительности СВО резко возрастают. Таким образом, изучение параметров плазмы БПРД, работающего с большим расходом рабочего газа, предпочтительнее в испытательном стенде с более производительной СВО, что позволит расположить диагностическое оборудование на различном расстоянии от сопла БПРД, и позволит получить более полные данные об изменении параметров плазмы на различном расстоянии от двигателя в широком угловом диапазоне. В случае ограниченной производительности СВО необходимо ограничивать расход рабочего газа, либо работать в импульсном режиме.

Список литературы

- [1] Розанов Л. Н. Вакуумная техника: Учебник для вузов по спец. «Вакуумная техника». - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Высш. шк. 1990. - 320 с.
- [2] Пипко А.И., Плисковский В.Я., Пенчко Е.А. Конструирование и расчет вакуумных систем. М.: Энергия, 1979.
- [3] Васильев Ю. К., Нестеров С. Б. Современные тенденции развития вакуумной техники //Вакуумная техника и технология. – 2009. – Т. 19. – №. 3. – С. 133-138.
- [4] Фред Р. и др. Справочник по вакуумной технике и технологии. – 1972.

Подписано в печать 07.06.23. Формат 60 × 84 1/8.
Бумага офсетная. Печать цифровая. Печ. л. 49,75.
Тираж 250 экз. Заказ 73.

Отпечатано с готового оригинал-макета.
Издательство СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
197022, С.-Петербург, ул. Проф. Попова, 5Ф